FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS

EDSON DE JESUS FILHO

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE MATRIZES POLIMÉRICAS DE POLIETILENO DE BAIXA DENSIDADE REFORÇADAS COM FIBRAS DE ABACÁ

> VOLTA REDONDA 2017

FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE MATRIZES POLIMÉRICAS DE POLIETILENO DE BAIXA DENSIDADE REFORÇADAS COM FIBRAS DE ABACÁ

Dissertação apresentada ao Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA, como requisito obrigatório para obtenção do título de Mestre em Materiais, sob a orientação do Prof. Bojan Marinkovic, na área de concentração de Processamentos e Caracterização de Matrizes Poliméricas, linha de pesquisa de Materiais Poliméricos.

Aluno: Edson de Jesus Filho

Orientador: Prof. Dr. Bojan Marinkovic

VOLTA REDONDA 2017

FICHA CATALOGRÁFICA Bibliotecária: Alice Tacão Wagner - CRB 7/RJ 4316

J58p	Jesus Filho, Edson de. Processamento e caracterização de matrizes poliméricas de polietileno de baixa densidade reforçadas com fibra de abacá. / Edson de Jesus Filho Volta Redonda: UniFOA, 2017.			
	102	102 p.: II		
	Ori	Orientador(a): Bojan Marinkovic		
	Dissertação (Mestrado) – UniFOA / Mestrado Profissional em Materiais, 2017			
	1.	Materiais - dissertação. 2. Fibras de abacá - polietileno. 3. Compósitos. I. Marinkovic, Bojan. II. Centro Universitário de Volta Redonda. III. Título.		
		CDD – 620.1		

FOLHA DE APROVAÇÃO

Aluno: Edson de Jesus Filho

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE MATRIZES POLIMÉRICAS DE POLIETILENO DE BAIXA DENSIDADE REFORÇADAS COM FIBRAS DE ABACÁ

Orientador: Prof. Dr. Bojan Marinkovic

Banca Examinadora

Prof. Dr. Bojan Marinkovic

10

Profa. Dra. Cirlene Fourquet Bandeira

Profa. Dra. Anja Dosen

Eu tentei noventa e nove vezes e falhei, mas na centésima tentativa eu consegui, nunca desista de seus objetivos mesmo que esses pareçam impossíveis, a próxima tentativa pode ser a vitoriosa.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro, gostaria de agradecer a Deus pela oportunidade da vida, e capacidade de estudo e realização deste trabalho, sem ele para guiar-me e criar em mim sonhos para crescimento pessoal e profissional não teria chegado até esse momento em minha carreira;

Agradeço também aos meus filhos, Rafael Cavalcanti de Jesus, Mariana Cavalcanti de Jesus e Juliana Cavalcanti de Jesus, pois sem eles não teria condições de prosseguir em minha vida acadêmica, principalmente pelo incentivo e apoio que sempre me deram;

A minha companheira, Wellen de Oliveira Carneiro, pela paciência e tolerância, em todos os momentos que não pude estar presente ao seu lado, devido aos meus estudos e trabalhos, e principalmente pela fé em meus sonhos;

Aos colegas Luciano Monteiro Rodrigues, Dirceu Hartung Camargo Coutinho, Patrícia Pontón, Gabriella Faro e Juliana Bento Viol, além da Dr^a Anja Dosen pelo apoio e ajuda constante nos ensaios laboratoriais;

Ao Prof. Dr. Bojan Marinkovic, pelas orientações, pelo incentivo constante e por compartilhar de seu conhecimento e experiência;

Ao Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago, pela motivação e constante estímulo;

Ao Prof. Dr. José Roberto de Almeida que nos forneceu gentilmente fibras de abacá, viabilizando esse estudo.

Aos amigos André Ferreira Borget e Marcelo Pereira por terem muito me ajudado no campo corporativo, me disponibilizando, desse modo, para o campo acadêmico deste estudo.

Por fim, em caráter especial, gostaria de agradecer a Alexandre Sólia Assis e Thamires de Almeida Oliveira, alunos da graduação UniFOA, e a João Paulo de Siqueira Brito, colega de trabalho, os quais tiveram participação determinante nos ensaios laboratoriais e na caracterização das matrizes que são objetos deste estudo e ao meu motivador e amigo Prof. M.Sc. Luiz Henrique de Faria Kelly.

DEDICATÓRIA

Dedico esta dissertação ao meu pai, Euclides Vieira Lima (in memoriam), pai exemplar, aquele que me ensinou o valor do estudo e do trabalho, bem como os conceitos morais e éticos que hoje eu possuo. Pai, muito obrigado por tudo. FILHO, E.J. **Processamento E Caracterização De Matrizes Poliméricas De Polietileno de Baixa Densidade Reforçadas com Fibras De Abacá.** 2017. 102 f. Dissertação. (Mestrado Profissional em Materiais) – Fundação Oswaldo Aranha, Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA, Volta Redonda-RJ.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a variação do comportamento mecânico do polietileno linear de baixa densidade (PELBD), sob efeito de fibras de abacá inseridas em porcentagens variadas em sua matriz polimérica. A compatibilização desses compósitos foi realizada com anidrido maleico (MA), em dosagens pré-definidas de 5% volumétricos, adicionados a abacá cuja porcentagem mássica no compósito era de: 5%; 10%; 20% e 30%. Os resultados obtidos com esses materiais foram comparados com os resultados dos compósitos de PELBD puros não tratados e com PELBD puro e maleitizado. As fibras de abacá foram moídas, secas em estufa, sendo posteriormente granuladas por um triturador / misturador. Os compósitos foram preparados em uma extrusora de dupla rosca co-rotacional e inter penetrante, seguidos de moldagem de corpos de prova por injeção. O comportamento mecânico dos compósitos foi determinado a partir dos ensaios de tração ASTM D 638 e foi possível concluir que os compósitos compatibilizados com PELBD + MA + abacá apresentaram uma melhoria significativa nas propriedades mecânicas, guando comparados com os compósitos originais de PELBD puros não tratados ou somente maleitizados.

Palavras chave: abacá; propriedades mecânicas; polietileno de baixa densidade; fibras naturais.

FILHO, E.J. **Processing And Characterization Of Low Density Polyethylene Polymer Matrices Reinforced With Manila Hemp.** 2017. 102 f. Dissertation (Professional Master in Materials) - Foundation Oswaldo Aranha, University Center of Volta Redonda – UniFOA, Volta Redonda, Rio de Janeiro, Brazil.

ABSTRACT

The aim of this work was to evaluate the variation of the mechanical properties of linear low density polyethylene (PELBD) under the effect of abacá fibers added in different percentages into polymer matrix. The compatibilization of the composites was carried out with maleic anhydride (MA), in pre-defined dosages of 5 vol%, while abacá fibers were added into the matrix in different mass percentages such 5%; 10%; 20% and 30%. The results of mechanical properties obtained for composites were compared with pure untreated PELBD composites and pure maleitized PELBD. The abacá fibers were ground into oven dried particles and granulated by a grinder. The composites were prepared in a double screw co-rotational followed by injection. The mechanical properties of the composites were determined from the tensile tests ASTM D 638 and it was possible to conclude that the composites compatibilized with PELBD + MA + abacá showed a significant improvement in the mechanical properties when compared with the untreated PELBD or maleitized PELBD.

Key words: low density polyethylene; manila hemp; mechanical properties; natural fibers.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representações geométricas e espaciais das partículas da fase de dispersa
que podem influenciar as propriedades dos compósitos: (a) concentração; (b)
tamanho; (c) forma; (d) distribuição e (e) orientação21
Figura 2 - Esquema de classificação para os vários tipos de compósitos23
Figura 3 - Padrão de deformação em uma matriz, cuja fibra está submetida a uma
carga de tração26
Figura 4 - Representações esquemáticas de compósitos reforçados com fibras: (a)
contínuas e alinhadas; (b) descontínuas e alinhadas e (c) descontínuas e orientadas
aleatoriamente27
Figura 5 - Estruturas químicas do: (a) polietileno linear de baixa densidade (PELBD);
(b) anidrido maleico (MA)
Figura 6 - Esquema do Processo de Extrusão
Figura 7 - Representação do dispositivo de ensaio de tração universal
Figura 8 - Gráfico Tensão v.s. Deformação35
Figura 9 - Diagrama genérico de um dilatômetro da NETZSCH
Figura 10 - Tipos de Eventos Térmicos Registrados Por DSC
Figura 11 - b) DSC com fluxo de calor; c) DSC por compensação de potência39
Figura 12 - Curvas de Decomposição Térmica de Um Material40
Figura 13 - Tipos de Curvas TGA e DTG41
Figura 14 - Diagrama de equipamento de termogravimetria42
Figura 15 - Volume de interação: a) localização dos sinais emitidos pela amostra; b)
relação da voltagem para elementos leves e pesados42
Figura 16 - Esquema de ensaio à flexão44
Figura 17 - Gráfico de tensão-deformação de compósitos sisal-PEBD46
Figura 18 - Comprimento médio da fibra (mm) (a) Efeito do comprimento da fibra na
resistência à tração dos compósitos termos fixos de: sisal-poliéster, sisal-epóxi e sisal-
fenol-formaldeído. (b) Efeito do comprimento da fibra na resistência à flexão dos
compósitos termos fixos de: sisal-poliéster, sisal-epóxi e sisal-fenol-formaldeído. (c)
Efeito do comprimento da fibra na resistência à tração dos compósitos sisal-PEBD.
Figura 19 - (a) Efeito do volume de fibras sobre a resistência à tração dos compósitos
termos fixos de: sisal-poliéster, sisal-epóxi e sisal-fenol-formaldeído. (b) Efeito do

volume de fibras na resistência à flexão dos compósitos de sisal termos endurecidos, viz. sisal-poliéster, sisal-epóxi e sisal-fenol-formaldeído. (c) Efeito do teor de fibras sobre a resistência ao impacto dos compósitos termofixos de sisal, viz. sisal-poliéster, Figura 20 - Efeito do teor de fibra sobre a resistência à tração dos compósitos sisal-Figura 21 - Fluxograma de obtenção e caracterização dos compósitos deste trabalho. Figura 24 - Moinho WILLYE, TE-650, fabricante TECNAL......60 Figura 25 - Homogeneizador / Misturador, modelo MH-100-H, fabricação MH Figura 27 - Aspecto final das amostras trabalhadas termo mecanicamente dentro do homogeneizador......63 Figura 28 - Triturador granulador, modelo 114751, de fabricação PLASTIMAX, equipado com motorização VOGES trifásica de 5 CV, 380 / 220 VAC, modelo V100L4. Figura 29 - Amostras embaladas e separadas após a trituração e granulação.64 Figura 30 - (a) Extrusora DSC XPLORE, modelo 5-08-20, micro extrusora, micro ejetor e molde; (b) Micro extrusora; (c) Micro ejetor e (d) Interface da micro extrusora.....65 Figura 31 - Corpo de prova extrudado de acordo com a Norma ASTM D638-03.....66 Figura 32 - (a) 5 % abacá / 5 % MA / 90 % PELBD; (b) 10 % abacá / 5 % MA / 85 % PELBD; (c) 20 % abacá / 5 % MA / 75 % PELBD e (d) 30 % abacá / 5 % MA / 65 % Figura 33 - Máquina universal de testes mecânicos, modelo AME-5KN, fabricação Figura 34 - (a) Microscópio eletrônico de varredura, fabricante HITACHI, modelo TM Figura 36 - Detalhe do ensaio a flexão na máquina universal EMIC......72

Figura 38 - Comparação entre os perfis das curvas de tensão (MPa) obtidos nos
ensaios de tração788
Figura 39 - Variação percentual de massa de abacá e MA em relação à resistência de
tração dos compósitos78
Figura 40 - Variação percentual de massa de abacá e MA em relação à resistência de
flexão dos compósitos80
Figura 41 - Evolução do Coeficiente de Expansão Térmica em Relação aos
Compósitos Analisados82
Figura 42 - Microscopia eletrônica de varredura: (a) PELBD 100 (%) (x 100 e 2000);
(b) PELBD 95 + MA 5 (%) (x 2000)83
Figura 43 - Variação percentual de massa de abacá e MA em relação à dureza Shore
dos compósitos
Figura 44 - Curva DSC para o PELBD 95 + MA 5 (%)
Figura 45 - Curva DSC para o PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)88
Figura 46 - Curva DSC para o PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)
Figura 47 - Curva DSC para o PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)
Figura 48 - Curva DSC para o PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)90
Figura 49 - Curva de tensão PELBD 100 (%)98
Figura 50 - Curva de tensão PELBD 95 + MA 5 (%)98
Figura 51 - Curva de tensão PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)
Figura 52 - Curva de tensão PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)
Figura 53 - Curva de tensão PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)100
Figura 54 - Curva de tensão PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)100

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tipos e algumas aplicações dos termoplásticos e termofixos25
Tabela 2 - Principais fibras vegetais comercializadas atualmente. 28
Tabela 3 - Seguem as propriedades físicas das fibras vegetais mais largamente
utilizadas
Tabela 4 - Teor de equilíbrio de umidade de algumas fibras naturais largamente
utilizadas
Tabela 5 - Propriedades físicas e mecânicas dos compósitos de Sisal - PEBD45
Tabela 6 - Propriedades mecânicas dos compósitos PEBD reforçados com fibras de
banana52
Tabela 7 - Ficha de Dados PELBD57
Tabela 8 - Características do MA. 58
Tabela 9 - Composições dos corpos de provas. 61
Tabela 10 - Parâmetros de extrusão das amostradas utilizadas no trabalho66
Tabela 11 - Resultados dos ensaios à tração para os seis compósitos utilizados nos
ensaios realizados nesse trabalho, a considerar seis corpos de provas para cada
compósito76
Tabela 12 - Valores da tensão de escoamento para os seis compósitos utilizados nos
ensaios realizados nesse trabalho, a considerar os seis corpos de provas76
Tabela 13 - Valores da resistência à tração para os seis compósitos utilizados nos
ensaios realizados nesse trabalho, a considerar os seis corpos de provas77
Tabela 14 - Valores do Módulo de Young para os seis compósitos utilizados nos
ensaios realizados nesse trabalho, a considerar os seis corpos de provas77
Tabela 15 - Valores da elongação (%) no momento da tensão máxima para os seis
compósitos utilizados nos ensaios realizados nesse trabalho, a considerar os seis
corpos de provas
Tabela 16 - Valores da Tensão Máxima de Flexão e Módulo de Young para os seis
compósitos utilizados nos ensaios de flexão, a considerar a utilização de seis corpos
de provas para cada caso80
Tabela 17 - Comportamento da resistência de flexão a considerar os seis compósitos
e seis corpos de prova por compósito analisado80
Tabela 18 - Comportamento do módulo de Young a considerar os seis compósitos e
seis corpos de prova por compósito analisado81

Tabela 19 - Coeficientes de Expansão Térmica dos Compósitos Analisados	82
Tabela 20 - Dureza Shore dos Compósitos Analisados	86
Tabela 21 - Avaliação das Curvas de TGA dos Compósitos	88
Tabela 22 - Avaliação das Curvas DSC dos Compósitos	87
Tabela 23 - Análise comparativa com os ensaios de NIRUPAMA et al e DWIVE	DI et
al	91

LISTA DE SIGLAS

Abac	abacá		
CET	coeficiente de expansão térmica		
СР	corpo de prova		
DP	desvio padrão		
DSC	calorimetria de varredura diferencial		
DTG	termogavimetria derivada		
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry		
MA	anidrido maleico		
MEV	microscopia eletrônica de varredura		
OS	poliestireno		
PE	polietileno		
PEAD	polietileno de alta densidade		
PEBD	polietileno de baixa densidade		
PELBD	polietileno linear de baixa densidade		
PET	polietileno tereftalato		
PEX	polietileno de formação de rede		
PHA	polihidroxialcanoatos ou plástico verde		
PLA	poliácido láctico		
PP	polipropileno		
PU	poliuretano		
PVC	policloreto de vinila		
TGA	análise termogavimétrica		
UHWPE	polietileno de massa molecular ultra alta		

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO18
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA20
2.1	Compósitos20
2.2	Uso e Aplicações dos Compósitos21
2.3	Compósitos Naturais21
2.4	Compósitos Artificiais22
2.5	Matrizes23
2.6	Vantagens do Termoplásticos Sobre Termofixos24
2.7	Polietileno (PE)24
2.8	Fibras Naturais25
2.9	Propriedades Mecânicas das Fibras Naturais28
2.10	Modificação de Fibras Naturais30
2.11	Método Químico
2.11.1	Acoplamento Maleitizado32
2.12	Tecnologias de Processamento de Termoplásticos Reforçados Com
	Fibra Natural32
2.12.1	Extrusão
2.13	Ensaios de Tração34
2.14	Ensaio de Dilatometria36
2.15	Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC)
2.16	Análise termogravimétrica (TGA)39
2.17	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)42
2.18	Ensaios de Flexão44
2.19	Estudos Correlacionados Usados em Análise Comparativa45
2.19.1	Efeito do tratamento químico nas propriedades do compósito com
	compatibilizante
3	OBJETIVO GERAL
3.1	Objetivo Específico55
4	MATERIAIS E MÉTODOS
4.1	Fluxograma de Obtenção e Caracterização56
4.2	Materiais

4.3	Metodologia e Equipamentos Empregados na Preparação	dos
	Compósitos	58
4.3.1	Retirada das Tranças e Corte das Fibras de Abacá	58
4.3.2	Moagem das Fibras de Abacá	59
4.3.3	Peneiramento dos Grãos de Abacá	60
4.3.4	Secagem dos Grãos	60
4.3.5	Pesagem e Composição das Amostras	61
4.3.6	Homogeneização das Amostras	61
4.3.7	Trituração das Amostras	63
4.3.8	Extrusão	64
4.3.9	Ensaio de Tração	67
4.3.10	Ensaio de Dilatometria	68
4.3.11	Microscopia Eletrônica de Varredura	68
4.3.12	Resistência à Flexão	69
4.3.13	Dureza Shore	72
4.3.14	Análise Térmica Simultânea (TGA, DTG e DSC)	74
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	75
5.1	Ensaio de Tração	75
5.2	Ensaio de Flexão	79
5.3	Ensaio de Dilatometria	81
5.4	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	83
5.5	Ensaio de Dureza Shore	86
5.6	Ensaio Térmico Simultâneo (TGA e DSC)	87
5.7	Análise Comparativa	91
6	CONCLUSÕES	93
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	95
8	APÊNDICE	957
8.1	Cálculo do Módulo de Young	97
8.1.1	PELBD 100 (%)	97
8.1.2	PELBD 95 + MA 5 (%)	97
8.1.3	PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	97
8.1.4	PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	97
8.1.5	PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	97
8.1.6	PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	98

8.2	Curvas de Identificação da Tensão de Escoamento	98
8.3	Cálculo do CET	101
8.3.1	PELBD 100 (%)	101
8.3.2	PELBD 95 + MA 5 (%)	101
8.3.3	PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	101
8.3.4	PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	101
8.3.5	PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	102
8.3.6	PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	102

1 INTRODUÇÃO

Atualmente existe uma tendência crescente mundial para o uso de biofibras como enchimentos ou reforços em compósitos de matrizes poliméricas. Sua flexibilidade durante o processamento, rigidez específica e seu baixo custo (em base volumétrica) os torna atraentes para os fabricantes (SHEN et al., 2008).

A segunda metade do século XX testemunhou crescentes demandas para a utilização de plásticos como matérias-primas importantes, sendo que mais de 80% são termoplásticos. Este interesse crescente se encontra alinhado a questões relacionadas ao impacto ambiental e ao desenvolvimento sustentável, binômio este que impulsionou as empresas a investirem na busca de novas tecnologias, as quais viabilizassem o uso desses materiais em suas estratégias de produção. Dentro deste contexto os plásticos reforçados com biofibras estão ganhando cada vez mais aceitação em aplicações estruturais, aumentando, em muito, as demandas e expectativas dos consumidores, ao passo que, em paralelo, conseguem resolver grandes problemas de disponibilidade de matérias primas por utilizarem recursos renováveis (SHEN et al., 2008).

Ao longo das últimas décadas, os compósitos reforçados com biofibras foram passando por transformações notáveis, transformações estas originadas a partir de intensas pesquisas, as quais desenvolveram novas composições e processos, que aumentaram as possibilidades de aplicações. O conceito de utilização de polímeros de origem biológica como matrizes reforçadas para biocompósitos ganhou espaço importante, o que demonstra o seu rápido crescimento no mercado. A taxa de crescimento anual média foi globalmente de 38% entre os anos de 2003 e 2007 atingindo, somente na Europa, o índice de 48% (SHEN et al., 2008). Estima-se que a capacidade mundial de produção de plásticos de origem biológica, que apresentava um total de 0,36 milhões de toneladas métricas, em 2007, salte para 3,45 milhões de toneladas métricas de volumes de produção serão plásticos à base de amido, PLA, PE e PHA.

Entre as fibras de celulose com maior potencial de utilização, destaca-se a fibra do abacá, também conhecido como cânhamo-de-manila, manila hemp, alvacá, bananeira-de-corda, bananeira-de-flor e bandala. O abacá é um tipo de bananeira que proporciona uma das mais importantes matérias-primas para a fabricação de cordas,

cujas fibras são usadas na confecção de cabos de amarração e ancoragem dos navios nos portos. A fibra do abacá é a mais forte das fibras de celulose disponíveis comercialmente. Suas fibras têm de dois a quatro metros de comprimento e são geradas nos pecíolos de suas folhas. Essas fibras são largamente utilizadas devido a sua enorme resistência a tensão mecânica e a degradação por ação da água doce ou salgada (SHEN et al., 2008).

Neste trabalho foram adotas as seguintes etapas para desenvolvimento de das análises e avaliações dos respectivos compósitos:

- Obtenção das fibras de abacá;
- Retirada de tranças;
- Corte das fibras de abacá;
- Moagem das fibras de abacá cortadas;
- Peneiramento dos grãos de abacá moídos;
- Secagem dos grãos;
- Pesagem das amostras para homogeneização e trituração;
- Homogeneização das amostras;
- Trituração e granulação das amostras;
- Extrusão das amostras para obtenção dos corpos de provas.
- Ensaios de tração;
- Ensaios de flexão;
- Ensaios de dilatometria;
- Ensaios de dureza (Shore);
- Ensaios térmicos (TGA e DSC);
- Avaliação da morfologia dos compósitos por microscopia eletrônica de varredura;
- Análise das propriedades mecânicas;
- Análise das propriedades térmicas;
- Avaliação dos resultados obtidos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Compósitos

Compósitos são materiais compostos por dois ou mais materiais distintos, os quais são identificados como: matriz e reforço (s), não sendo miscíveis, mas sendo compatíveis quimicamente e possuindo propriedades mecânicas complementares. Chamamos de matriz polimérica o material formado por polímeros ou por um polímero associado a outra classe de material os quais são responsáveis pela interligação do compósito. Chamamos de reforço, o material composto de fibras vegetais, responsáveis por completar as características mecânicas do compósito. Esta combinação implica que as propriedades finais do compósito sejam função das propriedades dos constituintes. Sua utilização se dá em condições incomuns, onde as necessidades de utilização ou custo não podem ser atendidas pelas ligas metálicas, cerâmicas e polímeros convencionais (SOUZA et al., 2003; DE PAULO GOMES, 2011).

O intuito principal de um material compósito é usufrui de uma associação positiva entre diferentes materiais para a produção de única peça, um único corpo, o qual apresente propriedades que suplantem as dos componentes constituintes, apresentando, frequentemente, algumas outras características que nenhum dos seus constituintes possui (SOUZA et al., 2003; DE PAULO GOMES, 2011).

Os compósitos poliméricos apresentam dois ou mais componentes que detém propriedades físicas e químicas diferentes, os quais apresentam duas fases distintas, chamadas: fase contínua e fase descontínua. A fase contínua se refere à matriz polimérica e a fase descontínua, também conhecida como fase dispersa, se refere aos reforços (CALLISTER et al., 2016). A figura 1 apresenta as representações geométricas e espaciais das partículas da fase dispersa, as quais podem influenciar as propriedades dos compósitos.

Figura 1 - Representações geométricas e espaciais das partículas da fase de dispersa que podem influenciar as propriedades dos compósitos: (a) concentração; (b) tamanho; (c) forma; (d) distribuição e (e) orientação.



Fonte: CALLISTER et al., 2016.

2.2 Uso e Aplicações dos Compósitos

Atualmente os compósitos são formados pela combinação de materiais com propriedades complementares, as vezes reputados como incompatíveis, com o propósito de atender a demanda de indústrias dos mais variados segmentos, tais como: ópticas, eletroeletrônicas, químicas e estruturais. Atualmente, a indústria de construção civil é bastante pródiga no uso desta tipologia de material em função de apresentar potencialidade para variada utilização de compósitos, dentre elas, destacam-se aplicações em estruturas, objetivando o aumento da tenacidade em concreto reforçado por fibras e aplicações em revestimentos ou divisórias, viabilizando assim um isolamento termo acústico de melhor qualidade (SUMMERSCALES et al., 2010).

2.3 Compósitos Naturais

Os compósitos e seus conceitos sempre existiram na natureza, onde vários materiais são efetivamente compósitos naturais; isto é verdade em particular nos materiais orgânicos, os quais, quase sempre, são formados por ao menos dois constituintes. Como exemplo, em destaque temos a madeira. Compósito por natureza,

a madeira apresenta complexa microestrutura interna, onde fibras de celulose encontram-se embutidas em um adesivo natural, chamado lignina. Esta estrutura interna foi naturalmente formada ao longo de milhões de anos de evolução para que suas propriedades mecânicas fossem voltadas para o melhor desempenho do material (SOUZA et al., 2003; DE PAULO GOMES, 2011).

2.4 Compósitos Artificiais

Como o já visto anteriormente, os compósitos artificiais são desenvolvidos a partir da associação de dois ou mais materiais, os quais suplantam as características dos materiais constituintes. Neste contexto, como a produção mundial de compósitos é ampla, várias classificações foram elaboradas para melhor abranger as diversas tipologias. Uma destas classificações define os compósitos segundo a morfologia de seus agentes de reforço, sejam eles: compósitos particulados, compósitos com fibras ou compósitos laminados (SOUZA et al., 2003; DE PAULO GOMES, 2011).

Considerando os materiais compósitos e suas formulações para uma específica finalidade, é importante partir da premissa que cada um dos seus constituintes apresenta propriedades físicas, químicas e mecânicas que são particulares aos mesmos. Dentre as principais propriedades que devem ser levadas em consideração figuram a rigidez, a resistência e tenacidade. Avaliando desta forma podemos afirmar que existem variados tipos de compósitos industrializados, baseados principalmente em matrizes poliméricas termoestáveis ou termoplásticas, as quais, em geral, apresentam-se reforçadas com fibras alinhadas, a exemplo das de vidro e as de carbono (HULL et al., 1956). Atualmente, há um crescente interesse em compósitos produzidos com fibras orgânicas associadas a termoplásticos de baixo ponto de fusão; estas associações representam baixo custo de produção, além de um atrativo material de reforço que potencializa propriedades mecânicas como rigidez, resistência e deflexão por calor. Nestes casos, a intenção do reforço é aumentar a tenacidade das matrizes pela adição de outro constituinte, desde que características como rigidez e resistência não sejam particularmente comprometidas (FARUKA et al., 2012).

Existem diversas classificações para os compósitos artificiais, como o apresentado na figura 2. Em nosso estudo focaremos no segmento de compósitos reforçados com fibras, descontínuas e orientadas aleatoriamente.



Figura 2 - Esquema de classificação para os vários tipos de compósitos.

Fonte: CALLISTER et al., 2016. Adaptado pelo autor.

2.5 Matrizes

Identifica-se uma variada quantidade de polímeros que são utilizados como matrizes em compósitos reforçados com fibras naturais. Estes polímeros são formados pelas combinações de pequenas moléculas, denominadas monômeros, as quais se combinam para formação de macromoléculas. Estes polímeros podem ser divididos em dois grupos, separados por suas características de fusão: termoplásticos e termofixos.

Os polímeros termoplásticos possuem, como características principais, o fato de poderem ser amolecidos pelo calor e endurecidos pelo frio, repetidas vezes sem perder suas propriedades. Os termoplásticos podem ser moldados várias vezes devido à sua característica de se tornarem fluidos, sob ação da temperatura, e depois retornarem às características anteriores quando há um decréscimo de temperatura. Inversamente, denomina-se termofixos, os plásticos que são maleáveis apenas no momento de sua fabricação, não sendo possível remodelá-los posteriormente, pois não mais fundem após a sua solidificação (MARINUCCI, 2011).

2.6 Vantagens do Termoplásticos Sobre Termofixos

Os derivados do petróleo termoplásticos do polipropileno (PP) e polietileno (PE) são os dois termoplásticos mais frequentemente empregados em compósitos reforçados com fibras naturais. Com o passar do tempo, aumentou-se o interesse em se desenvolver biocompósitos com um termoplástico ao invés de matriz de termofixos, principalmente, devido à sua capacidade de reciclagem. Os termoplásticos apresentam maior tenacidade à fratura do que os termofixos e, portanto, são mais úteis em aplicações em que é posta à prova à capacidade de resistências a cargas de impacto (FARUKA et al., 2012). No nosso estudo utilizamos o polietileno de baixa densidade (PEBD) como matriz.

2.7 Polietileno (PE)

O polietileno configura-se, quimicamente, como polímero mais simples, sendo representado pela cadeia: (CH₂-CH₂) n. A sua produção em escala mundial, implica que seu custo de aquisição seja menor que o dos demais polímeros, posicionando-o como um dos tipos de plásticos mais utilizados. O polietileno é inerte quimicamente, se originando da polimerização do etileno (CH₂=CH₂), denominado de eteno pela IUPAC, de onde deriva seu nome.

Várias reações de polimerização podem produzir o polietileno, dentre elas podemos citar: a polimerização por radicais livres; a polimerização aniônica e a polimerização catiônica. Cada uma destas polimerizações gera um tipo diferente de polietileno. O polietileno é um polímero de cadeia linear sendo classificados como: PEBD (polietileno de baixa densidade); PEAD (polietileno de alta densidade); PELBD (polietileno linear de baixa densidade); UHWPE (polietileno de massa molecular ultra alta) e PEX (polietileno com formação de rede). O polietileno de baixa densidade (PEBD) é obtido em condições de pressões elevadas, enquanto o polietileno de alta densidade. (PEBD) é obtido sob pressões ambientais, com o uso de catalisadores. Como informação importante, cabe salientar que o PEBD é mais flexível que o PEAD (SPEIGHT, J.G. et al., 2005). Em nosso estudo utilizamos o polietileno linear de baixa densidade (PELBD). A tabela 1 apresenta algumas das aplicações dos termoplásticos e termofixos mais usuais.

TIPOS	APLICAÇÕES		
TERMOPLÁSTICOS			
PET Polietileno tereftalato	Frascos de refrigerantes, produtos farmacêuticos, produtos de limpeza, mantas de impermeabilização, e fibras têxteis.		
PEAD Polietileno de Alta Densidade	Embalagens para cosméticos, produtos químicos e de limpeza, tubos para líquidos e gás, tanques de combustível para veículos automotivos.		
PVC Policloreto de Vinila	Frascos de água mineral, tubos e conexões, calçados, encapamento de cabos elétricos, equipamentos médicos- cirúrgicos, esquadrias e revestimentos.		
PEBD Polietileno de Baixa Densidade	Embalagens de alimentos, sacos industriais, sacos para lixo, lonas agrícolas, filmes flexíveis para embalagens e rótulos de brinquedos.		
Polipropileno	Embalagens de massas e biscoitos, potes de margarina, seringas descartáveis, equipamentos médicos-cirúrgicos, fibras e fios têxteis, utilidades domésticas, autopeças.		
PS PS Poliestireno	Copos descartáveis, placas isolantes, aparelhos de som e TV, embalagem de alimentos, revestimento de geladeiras e material escolar;		
outros	Plásticos especiais e de engenharia, CDs, eletrodomésticos, corpos de computadores;		
TERMORRÍGIDOS			
PU – Poliuretano EVA de Vinil – Poliacetato Etileno	Solados de calçados, interruptores, peças industriais elétricas, peças para banheiro, pratos, travessas, cinzeiros, telefones e etc.		

Tabela 1 - Tipos e algumas aplicações dos termoplásticos e termofixos.

Fonte: RODA, 2013.

2.8 Fibras Naturais

As características mecânicas de um compósito reforçado com fibras naturais, além das propriedades da fibra utilizada, dependem também do grau de transferência de carga pela matriz. É correto afirmar que não existe transmissão de carga pela

matriz na extremidade da fibra, o que implica dizer que fibras mais longas tendem ter uma performance melhor quanto a rigidez e a resistência do compósito (CALLISTER, et al., 2016). A figura 3 ilustra o padrão de deformação em uma matriz submetida ao esforço de tração.



Figura 3 - Padrão de deformação em uma matriz, cuja fibra está submetida a uma carga de tração.

Além do comprimento, constata-se que o arranjo ou orientação das fibras, bem como as suas concentrações e distribuições, apresentam uma importante influência sobre a resistência e outras propriedades dos compósitos reforçados com fibras naturais. Neste contexto, observa-se um melhor conjunto geral de propriedades dos compósitos quando temos uma distribuição uniforme de fibras (CALLISTER et al., 2016). A figura 4 mostra as representações esquemáticas de compósitos reforçados com fibras.

Fonte: CALLISTER et al., 2016.

Figura 4 - Representações esquemáticas de compósitos reforçados com fibras: (a) contínuas e alinhadas; (b) descontínuas e alinhadas e (c) descontínuas e orientadas aleatoriamente.



Fonte: CALLISTER et al., 2016.

Nas aplicações em que verificamos tensões mecânicas multidirecionais, normalmente, são usadas fibras naturais curtas, descontínuas e aleatoriamente orientadas como reforço (CALLISTER et al., 2016.). Esse foi o caso deste estudo.

A fibra é o elemento que confere ao compósito suas características mecânicas complementares, tais como melhoras da rigidez e resistência à ruptura; além também de aumentar sua resistência ao impacto (tenacidade); podendo serem curtas, alguns centímetros, ou longas (SOUZA et al., 2003; DE PAULO GOMES, 2011).

As plantas, que produzem fibras naturais, são classificadas, de acordo com a sua utilização, em plantas primária ou secundária. Plantas primárias são aquelas cultivadas para aproveitamento direto de suas fibras. Como exemplo de plantas primárias pode-se citar: juta, cânhamo, abacá, kenaf e sisal. Plantas secundárias são plantas em que as fibras são subprodutos da planta. Como exemplo de plantas secundárias, temos: abacaxi, dendê e coco (FARUKA et al., 2012). A tabela 2 apresenta as principais fibras vegetais comercializadas atualmente.

Fonte da fibra	Produção mundial (10 ³ ton)	
Bambo	30.000	
Juta	2.300	
Kenaf	970	
Linho	830	
Sisal	378	
Cânhamo	214	
Coco	100	
Rami	100	
Abacá	70	
Bagaço de cana	75.000	
Vidro	700	

Tabela 2 - Principais fibras vegetais comercializadas atualmente.

Maiores fontes de fibras vegetais comercializadas atualmente

Existem seis tipos básicos de fibras naturais, sendo elas classificadas em: fibras liberianas (juta, linho, cânhamo, rami e kenaf); fibras de folhas (abacá, sisal e abacaxi); fibras de sementes (fibra de coco, algodão e sumaúma); fibras do núcleo (kenaf, cânhamo e juta); grama e fibras de junco (trigo, milho e arroz) e todos os outros tipos de madeira e raízes (FARUKA et al, 2012).

As condições climáticas, idade e o processo de degradação influenciam não só a estrutura das fibras, como também na composição de seu produto químico. O principal componente químico de uma árvore viva é água; mas, em base seca, todas as paredes celulares das plantas consistem principalmente de polímeros à base de açúcar (celulose e hemicelulose), os quais são combinados com a lignina e com uma quantidade menor de extrativos, proteína, amido e inorgânicos. A composição química é variável de planta para planta, e, até mesmo, dentro de diferentes partes da mesma planta (FARUKA et al., 2012).

2.9 Propriedades Mecânicas das Fibras Naturais

As propriedades e, consequentemente, o desempenho dos compósitos reforçados com fibras naturais dependem de vários fatores, incluindo composição química, as dimensões de célula, defeitos, estrutura, propriedades físicas micro fibrilares e propriedades mecânicas, bem como da interação da fibra com o polímero. A fim de expandir o uso das fibras de recursos naturais para os compósitos, se torna essencial conhecer as características da fibra a ser utilizada. As fibras naturais podem

Fonte: FARUKA et al., 2012.

ser processadas em diferentes formas, para produzir elementos de reforço com diferentes propriedades mecânicas. A Tabela 3 apresenta importantes propriedades físicas mecânicas das fibras naturais mais comumente utilizadas.

Propriedades físico mecânicas das fibras naturais				
Fibra	Tensão Mecânica (Mpa)	Módulo Young (Gpa)	Elongação (%)	Densidade (g/cm³)
Abacá	400	12	3 a 10	1,5
Bagasso de cana	290	17	-	1,25
Bambo	140 a 230	11 a 17	-	0,6 a 1,1
Linho	345 a 1035	27,6	2,7 a 3,2	1,5
Cânhamo	690	70	1,6	1,48
Juta	393 a 773	26,5	1,5 a 1,8	1,3
Kenaf	930	53	1,6	-
Sisal	511 a 635	9,4 a 22	2,0 a 2,5	1,5
Rami	560	24,5	2,5	1,5
Dendê	248	3,2	25	0,7 a 1,55
Abacaxi	400 a 627	1,44	14,5	0,8 a 1,6
Сосо	175	4 a 6	30	1,2

Tabela 3 - Seguem as propriedades físicas das fibras vegetais mais largamente utilizadas.

Fonte: FARUKA et al., 2012.

A natureza hidrofílica das fibras é um grande problema para as de celulose que são utilizadas como reforço em plásticos. O conteúdo de umidade das fibras é dependente do teor de peças não cristalinas e o teor de vazios das próprias fibras. Neste contexto, a natureza hidrófila das fibras naturais influência as propriedades mecânicas (FARUKA et al., 2012). A Tabela 4 mostra o teor de equilíbrio da umidade de algumas fibras naturais.

Tabela 4 - Teor de equilíbrio de umidade de algumas fibras naturais largamente utilizadas.

Fibra	Teor de equilíbrio de umidade (%)
Sisal	11,0
Cânhamo	9,0
Juta	12,0
Linho	7,0
Abacá	15,0
Rami	9,0
Abacaxi	13,0
Сосо	10,0
Bagasso de cana	8.8
Bambo	8,9

Teor de equilíbrio da umidade de diferentes fibras naturais a 65% de umidade relativa (RH) e 21° C

O teor de umidade pode tem uma grande influência sobre o desempenho hidrofílico de um compósito gerado a partir de fibras naturais. Por exemplo, um compósito originado a partir de fibras de abacá apresenta um teor bem maior de umidade do que um compósito feito a partir de fibras de linho, o que implica que para trabalharmos com fibras de abacá, se torna necessário que as mesmas sofram um processo intenso de secagem de forma a garantir a melhor aderência possível com a matriz polimérica (FARUKA et al., 2012).

Existem diversas propriedades físicas que são importantes de serem conhecidas para cada fibra natural antes efetivamente de sua utilização. Este cuidado garante que a fibra natural em questão seja utilizada na plenitude de seu potencial.

2.10 Modificação de Fibras Naturais

As principais desvantagens observadas no reforço com fibras naturais em compósitos são o baixo grau de compatibilidade entre a fibra e a matriz e a sua alta absorção de umidade relativa. De forma a inibir essas interferências, são processadas modificações nas fibras naturais com o intuito de alterar suas propriedades de superfície objetivando assim melhorar a sua adesão na interface de diferentes matrizes. A interface é a região do compósito onde ocorre o contato entre os seus diferentes componentes e, por consequência, onde as transferências dos esforços (cargas) aplicados à matriz ocorrem. A qualidade da interface pode ser determinada por fatores químicos e físicos os quais, por sua vez, estão relacionados com a área da superfície, pureza do reforço, a capacidade de umedecimento da matriz e diferenças nas propriedades térmicas e mecânicas dos materiais constituintes. A interação entre os componentes de um compósito na região interfacial depende do grau de contato de seus constituintes nas superfícies da interface, o qual diminui quando o nível de umidade aumenta, e da adesividade nesta região, provocada pelas forças coesivas (BLEDZKI et al., 1999).

Como tratamentos para a modificação de interfaces de compósitos destacamos dois métodos: o tratamento físico e o tratamento químico. Os tratamentos físicos atuam na superfície das fibras, resultando em mudanças estruturais, que influenciam na ligação mecânica com os polímeros. Nesta abordagem destacamos o tratamento com descarga elétrica corona e plasma, assim como o tratamento térmico. Os tratamentos químicos ocorrem a quebra das ligações de hidrogênio que unem as cadeias de celulose, conferindo uma superfície mais rugosa, a qual auxilia na adesão entre a matriz polimérica e a fibra vegetal em questão (BLEDZKI et al., 1999).

O tratamento com polipropileno modificado com anidrido maleico (MA) é baseado no fato de que os grupos funcionais anidrido presentes no PP-MA são aptos a interagir fortemente ou até mesmo reagir com os grupos hidroxilas presentes na superfície das fibras naturais, enquanto a longa cadeia provinda do PP se difunde na matriz polimérica apolares, melhorando a adesão na interface fibra/matriz. Estes agentes de acoplamento são adicionados aos compósitos ou utilizados em tratamentos na pré-impregnação das fibras, resultando em alterações nas propriedades dos materiais. Após a adição ou tratamento com esses agentes de acoplamento, a adesão da superfície das fibras com a da matriz se torna maior, resultando das interações de hidrogênio ou formação de ligações covalentes, ocasionado um melhor desempenho mecânico destes materiais (BLEDZKI et al., 1999). A figura 5 apresenta as estruturas químicas do polietileno linear de baixa densidade e do anidrido maleico.

Figura 5 - Estruturas químicas do: (a) polietileno linear de baixa densidade (PELBD); (b) anidrido maleico (MA).



Fonte: KOSAKA, 2007.

A qualidade da interface fibra-matriz é determinante para melhor interação entre a fibra vegetal e a matriz polimérica. Os dois métodos anteriormente apresentados podem ser utilizados para melhorar a interface.

2.11 Método Químico

As fibras de celulose, as quais são fortemente polarizadas, são inerentemente incompatíveis com os polímeros hidrofóbicos, devido à sua natureza hidrofílica. Em muitos casos, é possível induzir compatibilidade entre dois materiais incompatíveis,

introduzindo um terceiro material que tem propriedades intermediárias entre as dos outros dois (BLEDZKI et al., 1999). As modificações químicas de fibras naturais, tendo como melhoria a adesão no interior da matriz do polímero, usando o catalizador químico anidrido maleico foi, a partir da necessidade deste estudo, pesquisada.

2.11.1 Acoplamento Maleitizado

Atualmente o acoplamento maleitizado é amplamente utilizado para fortalecer compósitos reforçados com fibras naturais. A fundamental diferença deste tratamento em relação aos outros tratamentos químicos é que o anidrido maleico não é só usado para modificar a superfície da fibra vegetal, mas também a matriz polimérica de forma que a ligação interfacial entre fibras e matriz seja significativamente melhorada, impactando assim em compósitos com propriedades mecânicas melhores. O anidrido maleico foi avaliado como um agente de acoplamento para a modificação da superfície das fibras de juta, verificando-se que em um compósito com carga de fibra de juta da ordem de 30% e uma concentração de anidrido maleico de 0,5%, ambos da massa total, o resultado obtido foi o aumento da resistência a flexão da ordem de 72% em relação ao mesmo compósito não maleitizado (MOHANTY et al., 2004). Em outro estudo, adicionado à matriz PP, o anidrido maleico reduziu a absorção de água, de forma significativa, em compósitos de fibras de abacá, cânhamo e sisal. Nestes compósitos as propriedades mecânicas, como módulo de Young, módulo de flexão, resistência ao impacto e dureza aumentaram após o tratamento com anidrido maleico (MISHRA et al., 2000). Em outra pesquisa os efeitos dos agentes de acoplamento MA aos compósitos de farinha de casca de arroz reforçados com PP indicaram que as propriedades de tração melhoraram significativamente com a adição do anidrido maleico como agente de acoplamento (FARUKA et al., 2012).

2.12 Tecnologias de Processamento de Termoplásticos Reforçados Com Fibra Natural

Existem quatro tecnologias de processamento de termoplásticos reforçados com fibra natural, são elas: a) extrusão; b) moldagem por injeção; c) moldagem por compressão e d) método de fibra longa termoplástico-direta (FTD). Em nosso estudo abordaremos a extrusão, a qual foi a tecnologia que escolhemos utilizar.

2.12.1 Extrusão

A extrusão é um processo mecânico de produção de componentes de forma semi contínua onde o material é forçado através de uma matriz adquirindo assim a forma pré-determinada pela matriz projetada para a peça. Em geral a configuração das matrizes projetadas para dar a forma ao componente extrudado, chamadas de matrizes de extrusão, é transversal e vazada, mas também pode ser cheia. Em função de sua construção sólida e resistente, a geometria da matriz não se altera pelo uso contínuo, tendo assim uma vida útil longa. Os produtos extrudados tem secção transversal constante com dimensões bastante precisas, podendo no caso de peças compridas serem cortadas ou fatiadas de acordo com a necessidade de uso.

O processo de extrusão é executado de duas maneiras distintas dependentes da temperatura e da ductilidade. A primeira é a extrusão à quente, e a segunda extrusão à frio. A extrusão a quente é semelhante ao processo de injeção, onde o produto é injetado a alta pressão e temperatura numa forma vazada ou passa através de um molde de injeção contínua, tomando a forma de uma peça sólida semi acabada ou a forma de vergalhão, para ser, em seguida, cortado (fatiado) no comprimento desejado. A extrusão à frio é semelhante ao processo de extrusão à quente, sendo a ductilidade do material a ser trabalhado o principal parâmetro na escolha do processo. Pode-se dizer que a extrusão é a produção semi contínua dos componentes fabricados, pois, as peças em geral são bastante longas e seu comprimento é limitado pela quantidade de material inserido na cavidade onde age o pistão injetor.

O processo de extrusão é utilizado pela indústria de plásticos e pneumáticos para a produção de produtos ou componentes semi acabados. Extrusora de parafuso único, bem como extrusora de parafuso duplo, que executam movimentos corporativos ou contra rotativos, podem ser utilizadas para este processo. As extrusora de parafuso único são utilizadas quando resistência mecânica da mistura não é muito alta, ao passo que para misturas de alta resistência mecânica as extrusora de parafuso duplo são as recomendadas. Neste processo é comum que os materiais de fibra naturais sejam distribuídos homogeneamente ao longo do termoplástico durante a extrusão da mistura (FARUKA et al., 2012). A figura 6 mostra o esquema do processo de extrusão.



Figura 6 - Esquema do Processo de Extrusão.



2.13 Ensaios de Tração

Os ensaios de tração são realizados sobre uma Máquina Universal de Ensaios, a qual é formada por: duas estruturas, uma fixa e outra móvel, ambas com duas travessas, uma célula de carga, um mecanismo de guia, adaptadores tipo garras para fixação dos corpos de prova e um transdutor com a função de medir as deformações mecânicas dos corpos de provas, chamados de extensômetros. (CANEVAROLO, 2004).

De forma a garantir a reprodução dos ensaios, além de resultados confiáveis, se faz necessário a aplicação rigorosa dos procedimentos e normas definidos, pois cada ensaio exige um corpo de prova com dimensões e geometrias específicos.

As normas ASTM3 D638 e ISO 527-4 regulam a realização de ensaios de tração com plásticos, sendo esta habitualmente aplicada em função de sua simplicidade e rapidez. (CANEVAROLO, 2004; MARINUCCI, 2011).

Durante os ensaios de tração, as extremidades dos corpos de prova são presas em garras de fixação, as quais, por sua vez, são acopladas às travessas fixa e móvel da máquina universal de ensaios. De forma resumida, o ensaio de tração é a aplicação de uma força uniaxial e crescente sobre as amostras, ao mesmo tempo em que realizamos as medições das variações nas suas dimensões. A velocidade do ensaio é diretamente proporcional a taxa de deformação, a qual é controlada pelo mecanismo de guia, ao mesmo tempo em que a tensão de tração é medida pela célula de carga conforme mostra a figura 7. (CANEVAROLO, 2004).



Figura 7 - Representação do dispositivo de ensaio de tração universal (ASTM3 D638).

Fonte: CANEVAROLO S., 2004

No decorrer do ensaio de tração, medimos os seguintes parâmetros mecânicos: resistência à tração, alongamento e módulo de elasticidade. A resistência à tração é obtida pela relação entre carga aplicada por unidade de área no instante da ruptura. O alongamento traduz o aumento percentual do comprimento da peça sob o efeito da tração, até o instante da ruptura. Ainda no decorrer do ensaio, a Máquina Universal de Ensaios registra graficamente as forças e deformações ocorridas durante o mesmo. O módulo de Young ou módulo de elasticidade é medido a partir da razão entre a tensão e a deformação, ambas na fase elástica, condição em que a deformação é reversível e proporcional à tensão conforme é apresentado na figura 8.





Fonte: SANCHES, 2015
2.14 Ensaio de Dilatometria

O ensaio de dilatometria é a medição do comportamento de contração e expansão, o qual sofre um determinado material, quando o mesmo é submetido a uma variação de temperatura em atmosfera, ambas controladas (INSTITUTO PEDRO NUNES, 2017).

As variações dimensionais que ocorrem durante o aquecimento e resfriamento dos materiais, determinam os limites de temperatura onde esses materiais poderão ser utilizados, as dimensões e as formas admissíveis para os mesmos, bem como a compatibilidade com outros compostos, em caso de existir objetivo da junção dos mesmos. Este ensaio também subsidia com dados o estabelecimento das melhores condições de processamento e a melhores utilizações para o material do corpo de prova. Por fim, este método também viabiliza o cálculo do coeficiente de expansão térmica dos materiais e, consequentemente, suas resistências ao choque térmico (INSTITUTO PEDRO NUNES, 2017). O coeficiente de expansão térmica (α) pode ser expresso pela equação 1:

 $\alpha = \Delta L / L_0 \Delta T$

equação (1)

Onde:

- $\Delta L = L_T L_O$, é a dilatação linear.
- L₀ = é o comprimento inicial do corpo de prova à 25°C.
- L = é o comprimento final do corpo de prova.
- α = coeficiente de dilatação linear médio, característica do material que constitui o corpo de prova.
- Δt = intervalo de temperatura avaliado.
- Unidade do coeficiente de dilatação linear médio, é expressa em: 1/K ou 1/°C.

A figura 9, abaixo, apresenta um diagrama genérico de um dilatômetro.



Figura 9 - Diagrama genérico de um dilatômetro da NETZSCH.

Fonte: CANEVAROLO, 2004

2.15 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

A calorimetria diferencial de varredura (DSC) tem por objetivo medir a diferença de energia entre um corpo de prova e um corpo de referência submetidos a um programa de aquecimento ou resfriamento sob atmosfera controlada. Habitualmente é usada para identificar a temperatura de fusão e cristalização; entalpias de fusão e de cristalização, bem como determinar a temperatura de transição vítrea (CANEVALORO, 2004).

Desta forma, o equipamento de DSC monitora as variações de entalpia de um corpo de prova em relação a um material de referência termicamente inerte dentro de um determinado tempo e uma programação controlada de temperatura. Os eventos térmicos geradores de modificações nas curvas de DSC são chamados de transições de primeira e de segunda ordem. As transições de primeira ordem apresentam variações de entalpia, podendo esta variação ser uma reação endotérmica ou exotérmica, as quais dão origem à formação de picos. Os eventos endotérmicos que ocorrem em corpos de prova, entre outros, podem ser fusão ou perda de massa do corpo de prova, perda esta que pode ocorrer por vaporização de água, vaporização de produtos voláteis de reação ou/ decomposição do produto. Já os eventos exotérmicos, entre outros, podem ser: cristalização, reações de polimerização, cura, oxidação e degradação oxidativa. As transições de segunda ordem têm por

característica determinante a variação de capacidade calorífica, sem, no entanto, apresentarem variações de entalpia. Desta forma, as transições de segunda ordem não geram picos nas curvas de DSC, apresentando-se apenas como um deslocamento da linha base no gráfico de DSC (CANEVALORO, 2004). A figura 10 ilustra os tipos de eventos térmicos registrados por DSC.



Figura 10 - Tipos de Eventos Térmicos Registrados Por DSC

Fonte: CANEVALORO, S., 2004

Existem dois tipos de equipamentos de calorimetria exploratória diferencial: o DSC sob o princípio de operação de compensação de potência e o DSC sob o princípio de fluxo de calor. As grandezas físicas obtidas dos testes realizados em quaisquer dos dois tipos de equipamentos são as mesmas.

A DSC por compensação de potência possui uma arquitetura na qual corpo de referência e corpo de prova são mantidos sob a mesma temperatura, por meio de aquecedores elétricos individuais. A potência dissipada pelos aquecedores é monitorada e relacionada diretamente com a energia envolvida nos processos endotérmicos ou exotérmicos. A principal diferença entre os dois processos é que na DSC por fluxo de calor o corpo de prova e o corpo de referência, contidos em seus respectivos suportes, são colocados sobre um mesmo disco de metal. A troca de calor entre o forno e as amostras ocorrem pelo disco (DENARI et al., 2012). A figura 11 ilustra um esquema genérico de equipamentos com as duas opções.



Figura 11 - a) DSC com fluxo de calor; b) DSC por compensação de potência.

Fonte: DENARI et al, 2012

2.16 Análise termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) é uma técnica da análise térmica destrutiva, na qual a variação da massa da amostra, que pode ser perda ou ganho, é determinada em função da temperatura ou tempo, quando o corpo de prova é submetido a uma programação controlada de temperatura.

A Termogravimetria permite conhecer as alterações provocadas pelo aquecimento de um corpo de prova, permitindo estabelecer em que faixa de temperatura os corpos de prova adquirem composição química constante, definida e a temperatura em que começam a decompor. Esta técnica também permite acompanhar a evolução de reações de desidratação (perda de umidade), oxidação, combustão e decomposição do material que compõe o corpo de prova (CANEVALORO, 2004).

Na análise termogravimétrica são registradas curvas de massa da amostra (m) ao longo da temperatura (T) ou do tempo (t), conforme a equação (2) (CANEVALORO, 2004):

M = f (T ou t)

(equação 2)

As curvas de variação de massa ao longo da temperatura são conhecidas como curvas de TGA e produzem a derivada primeira, pela qual registra-se a DTG (termogravimetria derivada) que fornece informações da variação da massa em função do tempo (dm/dt) ou em função da temperatura (dm/dT), de acordo com equação (3) (CANEVALORO, 2004):

$$dm/dt = f(t)$$
 ou $dm/dT = f(T)$ (equação 3)

As Figuras 12 apresenta uma típica curva padrão de TGA. Segundo a norma ASTM E 2550-11, a Ti (temperatura inicial) é definida como a menor temperatura em que é possível detectar o início da variação de massa ensaio termogravimétrico, enquanto Tf (temperatura final) é a menor temperatura desse ensaio, a qual indica que o processo responsável pela variação de massa foi concluído. O início do pico da curva da DTG é utilizado para identificar a Ti, enquanto que o final deste mesmo pico, é utilizado para identificar a Tf. A T.Onset é visualizada pelo cruzamento entre as linhas a e b; sendo denominada de início extrapolado ou início matemático (CANEVALORO, 2004).



Figura 12 - Curvas de Decomposição Térmica de Um Material.

Fonte: CANEVALORO, 2004

As curvas de TGA devem ser analisadas em conjunto com as curvas de DTG. A curva de DTG facilita a identificação das etapas onde ocorrem uma decomposição térmica ou uma degradação termo-oxidativa.

A figura 14 identifica os tipos de reação que podem ocorrer em um ensaio termogravimétrico. Onde a curva (a) corresponde à uma reação que ocorre em uma

única etapa e em uma estreita faixa de temperatura; a curva (b) apresenta duas reações, as quais são parcialmente sobrepostas; a curva (c) mostra duas reações, a primeira ocorrendo lentamente (I), seguida por outra (II), que ocorre rapidamente; e a curva (d) apresenta uma série de reações secundárias ou menores que ocorrem simultaneamente ou próximas à reação principal (CANEVALORO, 2004). Na figura 14 (d) o exemplo é teórico, já que uma combinação como a apresentada é improvável de acontecer.

Figura 13 - Tipos de Curvas TGA e DTG.



Fonte: CANEVALORO, 2004

O equipamento de análise termogravimétrica tem como componente principal a termo balança. A termo balança permite a pesagem contínua de um corpo de prova em função da temperatura, seja no aquecimento ou resfriamento da amostra no curso do ensaio. A configuração básica da termo balança é: balança registradora, forno, suporte de amostra, sensor de temperatura, programador de temperatura do forno, microcomputador para registro e controle de atmosfera do forno (DENARI et al., 2012). A figura 15 representa, genericamente, um diagrama genérico de uma configuração de termogravimetria.



Figura 14 - Diagrama de equipamento de termogravimetria.

Fonte: DENARI et al., 2012

2.17 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O princípio de funcionamento de um MEV acontece por meio de elétrons que são emitidos termo iônicamente a partir de um filamento de tungstênio ou hexaboreto de lantânio (LaB6), denominado filamento catódico, o qual, mediante a aplicação de uma diferença de potencial que pode variar de 0,5 a 30 KV, impulsiona e acelera os elétrons através de um eletrodo positivo, denominado ânodo, o qual atrai fortemente os elétrons emitidos. Esta atração é devido a diferença de potencial entre o filamento catódico e o anodo, o que também provoca o aquecimento do filamento de tungstênio. A correção do percurso dos feixes é realizada pelas lentes condensadoras que alinham os feixes em direção à abertura da objetiva. A objetiva condensadora ajusta o foco dos feixes de elétrons antes dos elétrons atingirem o corpo de prova analisado.

O tungstênio é habitualmente utilizado como filamento catódico no MEV por ser o metal com mais alto ponto de fusão e mais baixa pressão de vapor, o que viabiliza que o mesmo seja aquecido para a emissão de elétrons. O feixe de elétrons possui energia que varia desde algumas centenas de elétrons volts (eV) até 100 keV, sendo direcionado e focalizado através de uma ou duas lentes objetivas condensadoras, dependendo do alcance do equipamento. Observa-se que feixe de elétrons possui um foco muito fino, variando entre 0,4 a 0,5 nm. Este feixe passa através de pares de bobinas de varredura e pares de placas de deflexão localizados na coluna do MEV. As lentes objetivas condensadoras, defletem o feixe horizontalmente e verticalmente, corrigindo e alinhando o percurso do feixe em direção a abertura da objetiva, e, desta forma, corrigindo seu foco.

Quando o feixe de elétrons interage com o corpo de prova, os elétrons perdem energia por dispersão e absorsão em um volume em forma de gota, conhecido como volume de interação. Este volume se estende da superfície ao interior do corpo de prova em uma profundidade que varia de menos de 100 nm até 5 µm. O tamanho do volume de interação depende da energia dos elétrons emitidos, do número atômico dos átomos e da densidade do corpo de prova. A interação entre o feixe de elétrons e o corpo de prova provoca a emissão de elétrons secundários, elétrons retroespalhados, elétrons Auger, raios-x Bremstralung, raios-x característicos, radiação eletromagnética na região do infravermelho, do visível e do ultravioleta, fônons além de provocar aquecimento no próprio corpo de prova.

O MEV é um equipamento capaz de produzir imagens com ampliação até 300.000 vezes em alta resolução, sendo que as suas imagens possuem um caráter virtual, pois o que é efetivamente visualizado no monitor do equipamento é a transcodificação da energia emitida pelos elétrons.



Figura 15 - Volume de interação: a) localização dos sinais emitidos pela amostra; b) relação da voltagem para elementos leves e pesados.

Fonte: DEDAVID et al., 2007

2.18 Ensaios de Flexão

O ensaio de flexão consiste em apoiar um corpo de prova e aplicar sobre o mesmo uma força de flexão (F), a qual poderá ser concentrada ou distribuída, de maneira a produzir uma deflexão no corpo de prova até sua ruptura (FREDEL, et al). Conforme o mostrado na figura 17 abaixo.



Fonte: FREDEL et al., 2007

O ensaio de flexão é realizado com um corpo de prova constituído por uma barra de seção circular ou retangular com um determinado comprimento, seguindo a norma ASTM-C393. Tal preferência para a seção do corpo de prova, visa exclusivamente facilitar os cálculos. Nesse contexto, a carga, sobre o corpo de prova, deve ser elevada gradualmente até a ruptura do mesmo.

Imaginando-se uma barra de seção retangular de comprimento "L", altura "a", e largura "b" da seção normal, estando ao centro uma aplicação de carga de flexão transversal "F", de acordo com o apresentado na figura 17; observamos que o corpo de prova estará sujeito a um processo de tensões de compressão e tração ao mesmo tempo. Existe, no entanto, um plano em que não existirá tensão alguma, pois a tensão resultante será zero. Este plano é definido como linha neutra (FREDEL et al., 2007).

A resistência à flexão significa a tensão máxima de tração na ruptura, amplamente conhecida como módulo de ruptura (MOR), o que sinteticamente define o valor máximo da tensão de tração ou de compressão nas fibras externas da amostra (FREDEL et al., 2007).

2.19 Estudos Correlacionados Usados em Análise Comparativa

De forma a realizarmos uma análise comparativa, utilizamos como base para avaliação os estudos já realizados com fibras de sisal e de bananeiras por DWIVEDI, et al., 2013.

A utilização de fibra de sisal revestida com polietileno de baixa densidade (PEBD) foi estudada por Dwivedi et al., 2013. Essas fibras foram analisadas com o objetivo de verificar as composições de matrizes PEBD, impregnadas de fibras de sisal, trabalhadas em máquinas de moldagem e compressão à quente e com fração de peso diferentes. Este estudo revelou que aumentos percentuais de fibra de sisal com limite até 57% do peso do total, em compósitos de PLBD-sisal, provocaram mudanças importantes nas características de desgaste mecânico dos compósitos envolvidos nesses ensaios.

Dwivedi et al., 2013, concluíram que a resistência à tração e o módulo de Young dos compósitos avaliados, aumentaram com a elevação da concentração de fibras de sisal, atingindo 17,4 e 265 MPa, respectivamente, em comparação com 7,1 e 33 MPa do PEBD puro. Eles incorporaram 40% do total em peso de fibra de sisal nos compósitos, utilizando-se, na sequência, do revestimento de fibras de sisal por PEBD para, em seguida, esporem as fibras revestidas a uma temperatura elevada, ao qual denominaram pré-impregnação. Os pré-impregnados de fibras revestidos com polímero foram utilizados na produção de compósitos de fibras de sisal com frações de peso mais altas em uma máquina de moldagem por compressão a quente. O comportamento físico-mecânico dos compósitos de sisal-PEBD com mais de 45% em peso de fibras de sisal foram analisados e relatados na tabela 5.

1						PERD-
Amostras	PEBD (como fornecido)	PEBD-00	PEBD-46	PEBD-49	PEBD-55	57
Propriedades						
Conteúdo de fibra % peso	00	00	46	49	55	57
Densidade (kg/m³)	900	893	970	973	984	987
Resistência à tração (MPa)	11.3	7.1	10.7	11.4	14.0	17.4
Módulo de Young (MPa)	39	33	152	172	253	265
Força de impacto (kJ/m²)	2.4	2.1	2.31	2.35	2.55	2.7
Taxa de desgaste específica (m³/Nm)	8.71E-11	-	1.8E-10	1.5E-10	1.43E-10	1.31E-10

Tabela 5 - Propriedades físicas e mecânicas dos compósitos de Sisal - PEBD

Fonte: DWIVEDI et al., 2013

As propriedades mecânicas dos compósitos de sisal-PEBD determinadas e apresentadas na tabela 5, mostra duas colunas de PEBD: uma pertence ao PEBD natural, como fornecido, e a outra, a qual representa os resultados do PEBD, após a dissolução em xileno, remoção do solvente e conversão em pó. O pó assim obtido foi moldado em uma folha de 3,0 mm por técnica de moldagem por compressão. A este PEBD, pós tratamento, Dwivedi, U.K. et al., 2013, designaram de PEBD-00.

Todos os compósitos baseados em sisal, avaliados no estudo de Dwivedi, U.K. et al., 2013, foram preparados respeitando o tratamento acima e, por esta razão, o PEBD-00 foi considerado o material referencial da matriz a ser comparado com os demais compósitos de PEBD reforçados com sisal.

A resistência à tração dos compósitos aumentou na proporção do aumento do carregamento de fibras de sisal distribuídas aleatoriamente na matriz, o que indica o efeito de reforço da fibra de sisal sobre a matriz PEBD. A resistência à tração das fibras de sisal é várias vezes maior que o PEBD, provocando o aumento da resistência à tração de compósitos com fibras de sisal distribuídas aleatoriamente, demonstrando claramente o compartilhamento de carga de fibras de sisal com PEBD.

Na ausência de qualquer agente de acoplamento, a ligação interfacial entre PEBD-00 e o sisal se apresentou como a ligação mecânica principal. Sendo a superfície do sisal áspera com vários sulcos e vales, a mesma ajudou na criação de ligação físico-mecânica entre os dois componentes. Os resultados dos compósitos, em relação a tensão versus deformação são apresentados na figura 18 abaixo.





Fonte: DWIVEDI et al, 2013,

A figura 18 apresenta as curvas tensão-deformação para compósitos baseados em PEBD e PEBD-00. O alto alongamento é apresentado nas amostras de PEBD e PEBD-00 não reforçadas. Dwivedi et al., 2013, verificaram que o aumento do teor de fibras de sisal nos compósitos, provocou o aumento da resistência à tração e diminuíram o alongamento, enquanto tanto o PEBD quanto o PEBD-00 mostraram alto alongamento contra a carga aplicada e baixa resistência a tração. Além disso é realizada a comparação dos gráficos de diferentes amostras. Fica evidente que o reforço adicional de sisal elevou a inclinação inicial da curva tensão-deformação, a qual impactou na medida do módulo de Young. O módulo de Young dos compósitos aumentou com a elevação do teor de fibra nos compósitos. Analogamente, a resistência à tração também aumentou, o que mostra o efeito de reforço da fibra de sisal.

Kuruvilla et al., 1995, estudaram as propriedades mecânicas dos compósitos de fibras de sisal, aleatoriamente orientadas, de uma matriz termoplástica de polietileno de baixa densidade (PEBD) em relação a matrizes de resinas termo fixas, como: poliéster. Epóxi e fenol-formaldeído. Tais matrizes foram avaliadas em relação ao comprimento e ao carregamento da fibra. Nesse estudo verificaram que o comprimento ótimo da fibra necessária para obter um aumento nas propriedades mecânicas dos compósitos variava com o tipo de matriz. Os compósitos de fibra de sisal-PEBD mostraram um melhor efeito de reforço devido à alta ductilidade da matriz e à relação de alta resistência a tração / módulo Young do sisal em comparação com as propriedades da matriz original de PEBD.

Kuruvilla et al., 1995, confirmaram que muitas das propriedades dos materiais compósitos fibrosos são fortemente dependentes dos parâmetros micro estruturais, como diâmetro da fibra, comprimento da fibra, fração volumétrica de fibras, alinhamento e disposição das fibras. Em compósitos de fibras curtas orientadas aleatoriamente, o comprimento da fibra e o conteúdo da fibra desempenham um papel importante na determinação do desempenho mecânico.

Segundo Kuruvilla et al., 1995, o comprimento da fibra deve estar acima de um comprimento crítico para ocorrer a transferência efetiva de carga da matriz para a fibra, o que, por sua vez, depende da ligação entre a fibra e a matriz. Quanto maior a força de ligação, menor o comprimento crítico e vice-versa. Da mesma forma, o efeito de reforço das fibras em fração de baixo volume somente é significativo quando existe uma boa ligação interfacial entre a fibra e a matriz.

Nos ensaios de Kuruvilla et al., 1995, vários tipos de polímeros termo fixos foram utilizados como matrizes de compósitos de fibras naturais, podendo-se destacar poliéster, epóxis e fenólicos. Eles usaram comparativamente termoplásticos como o polietileno, o poliestireno e o polipropileno, como matrizes e constataram que esses polímeros podem ter reações diferentes em relação à fibra devido à diferença na sua estrutura química. Como consequência, o efeito de adesão das fibras nessas matrizes pode variar de forma significativa.

O estudo de Kuruvilla et al., 1995, observou melhores resultados com o uso de fibra de sisal como reforço no polímero termoplástico, polietileno de baixa densidade (PEBD) e nos polímeros termos fixos, epóxi e fenol-formaldeído. A diferença de adesão de fibra de sisal a diversas matrizes evidenciou que diferentes graus de reforço são alcançados pela adição de fibras hidrofílicas em diferentes polímeros, mesmo que os módulos de Young da maioria dos plásticos comerciais sejam relativamente próximos.

Kuruvilla et al., 1995, identificaram que tal diferença se deve à resistência de adesão diferente entre matrizes e fibras. A adesão é geralmente mais forte em polímeros polares capazes de formar ligações de hidrogênio com grupos hidroxilo disponíveis na superfície da fibra. Os resultados dos testes de retirada de fibras de compósitos, mostram uma carga de retirada de moldagem baixa (163MPa) na fibra com matriz de poliéster, se comparada a carga de retirada de fibras da matriz de epóxi (226 MPa), a qual tem uma carga de retirada de moldagem 40% maior.

As Figuras 19 (a) e (b) mostram a variação nas propriedades de tração e flexão dos compósitos termos fixos, constituídos de: sisal-poliéster, sisal-epóxi e sisal-fenol-formaldeído, quando da mudança de comprimento da fibra dentro da faixa de 5-30 mm. A Figura 19 (c) mostra a variação nas propriedades de tração dos compósitos de sisal-PEBD com alteração no comprimento médio da fibra dentro da faixa de 2,1 a 9,8 mm. Em geral, os compósitos termos fixos mostraram uma tendência crescente em suas propriedades mecânicas na medida que o comprimento da fibra aumenta. Observando-se o máximo no caso de compósitos epóxi. Os compósitos sisal-PEBD mostram um aumento da resistência à tração quando é aumentado o comprimento médio da fibra de 2,1 a 5,8 mm, seguindo-se uma significativa diminuição das

propriedades mecânicas quando o comprimento de fibra atinge o patamar de 9,2 mm. Isso sugere um comprimento crítico da fibra de aproximadamente 6 mm para a matriz PEBD.

Kuruvilla et al., 1995, mostraram que com um comprimento de fibra de 5 mm, as propriedades de tração e flexão dos compósitos fenólicos são cerca de 20% maiores do que os de composições epóxi, as quais por sua vez são cerca 45% superior à dos compósitos de poliéster. No entanto, ao aumentar o comprimento da fibra de 5 a 20 mm, a resistência à tração e flexão do compósito de resina epóxi é aumentada em relação à sua equivalente fenólica, enquanto que o compósito de poliéster não apresentou nenhum aumento significativo em sua resistência à tração e flexão com o comprimento da fibra na faixa de 5 a 30 mm.

Kuruvilla et al., 1995, também notaram que as propriedades mecânicas dos compósitos de epóxi e poliéster apresentam uma margem de diminuição com o utilização do comprimento da fibra na faixa de 20 a 30 mm, observando que a tendência decrescente das propriedades mecânicas dos compósitos de epóxi e poliéster na utilização do comprimento da fibra de 20 a 30 mm é devido ao contato fibra a fibra que ocorre quando a esteira de fibra é impregnada com a resina líquida e pressionada no molde para preparar laminados compostos. No compósito de fenol formaldeído, é utilizada uma estrutura pré impregnada de resina antes da pressão a quente, o que garantirá que a resina revestida na fibra não cederá durante o processamento. Portanto, a possibilidade de contato fibra a fibra é menor. Isso mostra claramente que a estrutura pré impregnada se torna mais apropriada para a produção de compósitos contendo fibras mais longas. A figura 19 mostra o comprimento das fibras em relação a propriedades mecânicas de diferentes matrizes de compósitos, enquanto que a figura 20 apresenta o volume de fibras em relação as propriedades mecânicas das matrizes apresentadas na figura 19.

Figura 18 - (a) Comprimento da fibra (mm) vs resistência à tração dos compósitos termos fixos de: sisal-poliéster, sisal-epóxi e sisal-fenol-formaldeído. (b) Comprimento da fibra (mm) vs resistência à flexão dos compósitos termos fixos de: sisal-poliéster, sisal-epóxi e sisal-fenol-formaldeído. (c) Efeito do comprimento da fibra (mm) vs resistência à tração dos compósitos sisal-PEBD.



Fonte: KURUVILLA et al., 1995

Figura 19 - (a) Volume de fibras vs resistência à tração dos compósitos termos fixos de: sisalpoliéster, sisal-epóxi e sisal-fenol-formaldeído. (b) Volume de fibras vs resistência à flexão dos compósitos de sisal termos endurecidos, viz. sisal-poliéster, sisal-epóxi e sisal-fenol-formaldeído. (c) Teor de fibras vs a resistência ao impacto dos compósitos termofixos de sisal, viz. sisal-poliéster, sisal-epóxi e sisal-fenol-formaldeído.





As figuras 20 (a), (b) e (c) mostram o efeito da variação da fração volumétrica de fibra nos compósitos sobre as propriedades de tração, flexão e impacto.

A figura 21 mostra o efeito do teor de fibra sobre a resistência à tração dos compósitos sisal-PEBD. Todos os compósitos mostraram um aumento nas propriedades mecânicas com o aumento da fração volumétrica de fibra. No entanto, entre os compósitos termo fixos, observou-se maiores propriedades de tração e flexão com compósitos fenólicos seguidos de compósitos epóxi e poliéster. Kuruvilla et al., verificaram que uma maior carga de fibra (> 30%) resulta em uma diminuição das propriedades mecânicas dos compósitos de epóxi e poliéster. A resistência à flexão dos compósitos de epóxi diminui com alta carga de fibras.

Embora a afinidade química da fibra de sisal com polietileno seja muito baixa, o efeito de reforço é maior que o dos sistemas termo fixos estudados aqui. Isso pode ser entendido a partir da figura 21, onde o grau de resistência à tração aumenta após a adição de fibra de forma gradual para a matriz PEBD. Neste caso, o efeito de reforço depende em grande parte na ductilidade da matriz, isto é, a resistência à propagação de fissuras. Assim, para obter o máximo efeito de reforço, é necessário usar matrizes com alta ductilidade.

No entanto, a maioria dos termoplásticos comerciais não têm alta ductilidade e, quando preenchidos com fibra no teor de 40 a 50%, tornam-se quebradiços e perdem força consideravelmente.

Em seu estudo, Kuruvilla et al., 1995, concluíram que, por ter o polietileno uma maior ductilidade do que as matrizes termo fixas, ele oferece um melhor efeito de reforço.

Figura 20 - Efeito do teor de fibra sobre a resistência à tração dos compósitos sisal-PEBD.



Fonte: Kuruvilla et al., 1995

Nirupama et al., 2016, estudaram o efeito das fibras de banana não tratadas nas propriedades mecânicas, tais como: resistência à tração, módulo de Young, alongamento de ruptura, resistência à flexão e resistência ao impacto, dos compósitos de PEBD reforçados em relação ao carregamento de fibra em percentuais diferentes (10, 15, 20, 25 e 30% em peso).

Suas análises estão apresentadas na tabela 6.

Carregamento de fibra (% em peso)	Resistência à tração (MPa) Média ± DP	Módulo de Young (MPa) Média ± DP	Alongamento na ruptura (%) Média ± DP	Resistência à flexão (MPa) Média ± DP	Resistência ao impacto (kJ / m2) Média ± DP
0	11.4 ± 0.4	325 ± 11	121 ± 31	21.9 ± 1.9	26.8 ± 0.5
10	8.8 ± 0.8	591 ± 77	5 ± 0.4	14.1 ± 2.2	8.2 ± 0.7
15	10.3 ± 0.7	642 ± 79	5 ± 1.6	15.7 ± 1.4	10.2 ± 0.8
20	9.7 ± 1.4	933 ± 72	4 ± 0.5	16.0 ± 2.2	10.8 ± 0.7
25	9.8 ± 2.5	1050 ± 68	4 ± 0.5	19.0 ± 1.0	11.5 ± 0.9
30	9.5 ± 1.6	1160 ± 82	3 ± 0.7	18.5 ± 0.4	9.9 ± 0.4

Tabela 6 - Propriedades mecânicas dos compósitos PEBD reforçados com fibras de banana.

Desvio padrão DP - Fonte: NIRUPAMA et al., 2016

Foi verificado que a resistência à tração do compósito diminuiu consideravelmente com a adição de fibras de banana não tratadas. Isto é devido à natureza hidrofílica da fibra de banana, as quais são incompatíveis com a matriz de PEBD hidrofóbica, o que levou à redução da interação entre fibras de banana e matriz de PEBD, resultando em baixa transferência de carga entre as fibras e a matriz

polimérica. O compósito com 10% em peso de carga de fibra, mostra uma resistência à tração de 8,83 MPa, que é 22,6% inferior à da matriz de PEBD pura. No entanto, Nirupama et al., 2016, observaram uma melhoria no valor de resistência à tração com aumento adicional no carregamento de fibra de banana de 10 a 30% em peso. Como, com 10% em peso de carga de fibras, a quantidade de fibras não é suficiente para restringir a matriz e, como resultado, a carga elevada se desenvolve em baixa deformação, provocando uma distribuição de carga não uniforme, o compósito com desvio padrão de 15% em peso de carga de fibra, apresentou o maior valor de resistência à tração de 10,27 MPa, o qual é 16,26% maior do que o valor de 10% em peso de material de carga de fibra. Mesmo assim, ainda é 10% inferior ao valor da resistência à tração da matriz pura de PEBD.

Além disso, à medida que o carregamento da fibra aumentou de 20 para 30% em peso, Nirupama et al., 2016, observaram uma tendência constante na resistência à tração dos compósitos. A incorporação de 20, 25 e 30% em peso de carga de fibra na matriz PEBD mostra um incremento de aproximadamente 10,48; 10,73 e 7,37%, respectivamente, em comparação com 10% em peso de materiais de carga de fibras.

Nirupama et al., 2016, observaram como a resistência à tração e a resistência à flexão dos compósitos diminuem consideravelmente com a adição de fibra de banana não tratada em comparação com a da matriz de PEBD. Isso pode ser atribuído à fraca interação da fibra de banana não tratada a matriz PEBD. Uma resistência à flexão de 14,04 MPa foi observada para o compósito com 10% em peso de carga de fibra, o que é quase 36% menor do que a da matriz de PEBD pura. No entanto, com o aumento adicional da carga de fibras de 15 a 30% em peso, observou-se uma melhora nos valores de resistência à flexão. Com 25% em peso de material compósito de fibra, o valor da força de flexão é máximo, o que mostra quase 35,4% maior valor em comparação com 10% em peso de material de carga de fibra.

Por outro lado, Nirupama et al., 2016, observaram um aumento consistente no módulo de Young da matriz de PEBD com a adição de fibras de banana não tratadas. A matriz de PEBD puro mostrou o módulo de Young de 325,5 Mpa, o qual foi aumentado para 591,49 MPa com 10% em peso de carga de fibra, mostrando desta forma um aumento de cerca de 81,7% em comparação com a da matriz de PEBD puro. Aumento semelhante de aproximadamente 97,4; 186,9; 227,6 e 256,4% nos valores do módulo de Young foram observados em relação à matriz de PEBD pura

com 15, 20, 25 e 30% em peso de carga de fibra, respectivamente. Isso se deve ao fato do módulo de Young muito maior de fibras de banana em comparação com a da matriz de PEBD puro. Assim, a incorporação de fibras na matriz polimérica melhorou o módulo de Young e a rigidez dos compósitos.

Nirupama et al., 2016, verificaram que a percentagem de alongamento à ruptura do composto de PEBD reforçado com fibra de banana diminuiu consistentemente com o aumento do carregamento de fibras. O valor da ruptura de alongamento do compósito para o carregamento de 10% de fibras é 3,0% em relação ao alongamento da matriz de PEBD puro. O alongamento aumenta para 3,5% em relação a matriz de PEBD puro, quando os compósitos recebem o teor de fibra de banana de 30% em peso. Nirupama et al., atribuíram isso à adição de fibra na matriz de polímero, a qual reduziu a mobilidade da matriz. Como resultado, o módulo de Young aumentou e a porcentagem de alongamento na quebra diminuiu quando os compósitos sofreram aumento no carregamento de fibras.

2.19.1 Efeito do tratamento químico nas propriedades do compósito com compatibilizante

Nirupama et al., 2016, constataram que a incorporação de MA em compósitos de fibras de banana com matriz PEBD conduz a uma ligação interfacial melhorada entre a fibra de banana e a matriz PEBD. A adição de MA possibilitou uma melhora de aproximadamente 29, 11 e 16,5% na resistência à tração, 7, 4 e 15% no módulo de Young, 10,7, 14,5 e 16,7% na resistência à flexão e 2, 11,1 e 11,9% na resistência de impacto em relação aos compósitos de fibra de banana, com a mesma formulação; mas sem MA. Essa melhora se deve a adição de MA, a qual gera fortes ligações covalentes entre os grupos de anidrido maleico e grupos hidroxilo das fibras. Como resultado a adesão e a dispersão das fibras melhoraram dentro da matriz de PEBD e, assim, melhoraram as propriedades mecânicas.

3 OBJETIVO GERAL

O presente trabalho tem como objetivo geral contribuir no estudo de viabilidade de utilização de compósitos de matrizes poliméricas reforçados com abacá para utilização em indústria automotiva e construção civil.

3.1 Objetivo Específico

O presente trabalho tem como objetivo específico caracterizar compósitos de matrizes poliméricas de polietileno linear de baixa densidade, reforçados com fibras de abacá inseridas em percentuais mássicos variáveis na ordem de: 5%, 10%, 20% e 30% e catalisadas com anidrido maleico à 5%. Todos os percentuais considerados em relação à massa do total do compósito.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo é apresentada a metodologia desenvolvida para o cumprimento das metas propostas nesse trabalho, detalhando a preparação dos compósitos, bem como a formulação, ensaios e caracterização.

4.1 Fluxograma de Obtenção e Caracterização

As etapas de obtenção e caracterização dos compósitos tratados nesse trabalho estão mostradas na figura 22 abaixo.





Fonte: o autor, 2017.

4.2 Materiais

Para constituição dos compósitos analisados nesse trabalho, foram utilizadas fibras de abacá, polietileno linear de baixa densidade (PELBD) e anidrido maleico (MA). Coube as fibras de abacá, fornecidas pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, o papel de reforço, enquanto que o polietileno linear de baixa densidade (PELD), fabricado pela BRASKEN, sob a referência HF3712, foi utilizado como matriz. O anidrido maleico (MA), produzido pela Elekeiroz, sob a referência 108-31-6, foi utilizado como agente de acoplamento e aderência entre o reforço e a matriz. As tabelas 7 e 8 abaixo mostram os dados técnicos do PELD e MA, respectivamente.

Físico	Valor nominal Unidade
Gravidade específica	0,937 g/cm³
Melt Massa-Flow Rate (MFR) (190 ° C / 21,6 kg)	11 g / 10 min
Resistência-Cracking Stress ambiental	
_ 2	> 900 hr
2.00 mm, 10% Igepal, Moldagem por compressão, F50	> 1500 hr
Mecânico	Valor nominal Unidade
Resistência à Tração (Rendimento, 2,00 milímetros, Moldagem por compressão)	19,0 MPa
Resistência à Tração (Break, 2,00 milímetros, Moldagem por compressão)	28,0 MPa
Alongamento (Rendimento, 2,00 milímetros, Moldagem por compressão)	12 %
Alongamento (Break, 2,00 milímetros, Moldagem por compressão)	1300 %
Módulo de Flexão Secante - 1% (2,00 milímetros, Moldagem por compressão)	682 MPa
Impacto	Valor nominal Unidade
Impacto Izod com entalhe (23 ° C, Moldagem por compressão)	740 J/m
Dureza	Valor nominal Unidade
Dureza (Shore D, Moldagem por compressão)	56
Térmico	Valor nominal Unidade
Temperatura de deflexão sob carga (0,45 MPa, não recozido, Moldagem por compressão)	54,0 ° C
Temperatura de Amolecimento Vicat	62,0 ° C

Tabela 7 - Ficha de	e Dados PELBD.
---------------------	----------------

Fonte: BRASKEN, 2015.

Especificações	Unidade	Valores	
Teor em Anidrido Maleico	% peso	99,5 mín.	
Cor fundido	Pt / Co	30 máx.	
Ponto de solidificação	°C	52,3 mín.	
Acidez Livre, como ácido maleico	% peso	0,6 máx.	
Cor fundido após aquecimento	Pt / Co	40 máx.	
(Estabilidade)			

Tabela 8 - Características do MA.

 As garantias do produto são aplicáveis, desde que seu uso, manuseio e estocagem, sejam de forma adequada, conforme recomendações.

Propriedades	Unidade	Valores
Peso molecular		98
Fórmula química		$C_4H_2O_3$
Ponto de fulgor	°C	110
Peso específico (25°C sólido)		1,47
Estado físico		Sólido -briquetes de cor branca Fundido - Líquido incolor

Os valores de propriedades acima são dados de referência, não se constituindo parâmetros de garantia.

Fonte: ELEKEIROZ, 2015.

4.3 Metodologia e Equipamentos Empregados na Preparação dos Compósitos

4.3.1 Retirada das Tranças e Corte das Fibras de Abacá

As fibras de abacá foram destrançadas até os cachos de seus fios atingirem espessuras suficientes para serem cortados em comprimentos em torno de 3 cm. Tal comprimento é determinante para permitir que as fibras de abacá possam ser misturadas e posteriormente trituradas, de forma homogênea, sem causarem nenhum dano aos equipamentos envolvidos nestes dois processos. As figuras 23 e 24, apresentam, em duas situações distintas, os aspectos dos cachos das fibras de abacá em: em secagem sob luz solar e quando estes estão secos e prontos para utilização.



Figura 22 - Fibras de abacá em secagem, após recolhimento.

Fonte: ecokaila.wordpress, 2015.



Figura 23 - Cachos de abacá secos e prontos para utilização.

Fonte: textilesco.wordpress, 2015.

4.3.2 Moagem das Fibras de Abacá

As fibras de abacá cortadas foram moídas e reduzidas em grãos para viabilizar a sua utilização nas diversas amostras necessárias a caracterização dos compósitos. O moinho utilizado para este fim, foi o de modelo TE-650, tipo WILLYE, do fabricante TECNAL, com tensão de alimentação de 220 VAC e potência de 500 W. A moagem foi realizada dentro das instalações da Universidade Estadual do Rio de Janeiro, unidade de Resende como mostra a figura 25 mostra o equipamento em questão.



Figura 24 - Moinho WILLYE, TE-650, fabricante TECNAL

Fonte: TECNAL, 2015.

4.3.3 Peneiramento dos Grãos de Abacá

Os grãos de abacá provenientes da moagem foram segregados a partir dei peneiras granuladoras, 35 ASTM, 32 MESH/TYLER, 5 X 2 de aço inox, fabricação BERTEL. O peneiramento foi realizado no laboratório de ensaios mecânicos da Fundação Oswaldo Aranha, no campus Três Poços.

4.3.4 Secagem dos Grãos

Posteriormente ao peneiramento, os grãos foram colocados para secagem em uma estufa micro processada, modelo Q317M, com temperatura máxima de 200°C, de fabricação Quimis, durante 24 horas, com uma temperatura de 80°C. O objetivo de tal operação foi garantir a fabricação do compósito em condições uniformes e minimizar os efeitos da umidade na fibra natural, conforme o já apresentado anteriormente na referência biobibliográfica deste trabalho. Esta atividade foi realizada no laboratório de ensaios mecânicos da Fundação Oswaldo Aranha, no campus Três Poços.

4.3.5 Pesagem e Composição das Amostras

Após o tratamento em estufa, foram preparadas as amostras para trituração e homogeneização. Para isto foi utilizado uma balança eletrônica, modelo AY 220, fabricação SHIMADZU, com tolerância máxima de 220 g e mínima de 0,01 g, tendo como precisão 0,0001 g. A tabela 9 abaixo, mostra as pesagens e percentuais das amostras utilizadas.

	PELBD		ABAC		MA		TOTAL
COMPOSITO	gramas	%	gramas	%	gramas	%	gramas
PELBD 100 (%)	80	100					80
PELBD 95 + MA 5 (%)	76	95			4	5	80
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	72	90	4	5	4	5	80
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	68	85	8	10	4	5	80
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	60	75	16	20	4	5	80
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	52	65	24	30	4	5	80

Tabela 9 - Composições dos corpos de provas.

Fonte: do autor, 2017.

4.3.6 Homogeneização das Amostras

As amostras foram homogeneizadas e misturadas em um homogeneizador, modelo MH-100-H, de fabricação MH Equipamentos, com capacidade de 100 ml, suportando peso de carga de 50 a 150 g e com potência de 8,5 KW, cujo equipamento é mostrado na figura 26. Dentro do homogeneizador, as amostras foram trabalhadas termo mecanicamente, de forma constante em um movimento giratório, sob a ação de um eixo sem fim, conforme o apresentado na figura 27. Após o trabalho termomecânico as amostras assumem o aspecto mostrado na figura 28, estando prontas para o posterior trabalho de trituração. Este trabalho foi realizado laboratório de ensaios mecânicos da Fundação Oswaldo Aranha, no campus Três Poços.



Figura 25 - Homogeneizador / Misturador, modelo MH-100-H, fabricação MH Equipamentos.

Fonte: do autor, 2015

Figura 26 - Trabalho termo mecânico dentro do homogeneizador.



Fonte: do autor, 2015

Figura 27 - Aspecto final das amostras trabalhadas termo mecanicamente dentro do homogeneizador.



Fonte: do autor, 2015

4.3.7 Trituração das Amostras

Na sequência do processo, as amostras foram trituradas por meio de um triturador granulador, modelo 114751, de fabricação PLASTIMAX, equipado com um motor trifásico de 5 CV, 380V / 220 VAC, modelo V100L4, de fabricação VOGES, conforme o apresentado na figura 29 abaixo. Esta atividade se deu nas instalações do laboratório de ensaios mecânicos da Fundação Oswaldo Aranha, no campus Três Poços.

Figura 28 - Triturador granulador, modelo 114751, de fabricação PLASTIMAX, equipado com motorização VOGES trifásica de 5 CV, 380 / 220 VAC, modelo V100L4.



Fonte: do autor, 2015

Após a trituração, as amostras são embaladas conforme é mostrado na figura 30 abaixo, se encontrando prontas para a etapa seguinte do processo, a qual será a extrusão.

Provide and the second of the

Figura 29 - Amostras embaladas e separadas após a trituração e granulação.

Fonte: do autor, 2015

4.3.8 Extrusão

As amostras foram extrudadas em uma microextrusora de fabricação DSC XPLORE, modelo 5-08-20, pressão máxima de 10 bar, temperatura máxima de 350°C, volume de 5 ml, tensão de 200 a 245 VAC, potência de 2.450 W, frequência de 50 a

60 Hz, corrente máxima de 12 A, tipo co-rotativa, velocidade típica de trabalho de 100 rpm. Esta atividade se deu nas instalações do laboratório de ensaios mecânicos da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. A figura 31 abaixo, mostra os detalhes da micro extrusora.



Figura 30 - (a) Extrusora DSC XPLORE, modelo 5-08-20, micro extrusora, micro ejetor e molde; (b) Micro extrusora; (c) Micro ejetor e (d) Interface da micro extrusora.

Fonte: do autor, 2015

A tabela 10 apresenta os parâmetros de extrusão das diversas amostras, enquanto que a figura 32 indica as dimensões dos corpos de prova, enquanto que a figura 33 mostra os corpos de provas dos compósitos em diferentes condições de porcentagem de seus compostos.

	MICRO EXTRUSORA		EXTRUSÃO			MICRO EJETORA		MOLDE
TIPO DE AMOSTRA	T1 (°C)	F (N)	TP1 (min)	TP2 (min)	V (rpm)	T2 (°C)	P (Bar)	T3 (°C)
PELBD 100 (%)	190	2.000	5'	1'	100	186	6,9	80
PELBD 95 + MA 5 (%)	190	2.000	5'	1'	100	186	6,9	80
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	190	2.000	5'	1'	100	186	6,9	80
PELBD 85+ MA 5 + ABAC 10 (%)	190	2.000	5'	1'10"	100	186	6,9	80
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	190	2.000	5'	2'10"	100	186	6,9	80
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	190	2.000	10'	7'10"	100	186	6,9	80

Tabela 10 - Parâmetros de extrusão das amostradas utilizadas no trabalho.

Onde:

T1: Temperatura de microextrusora F: Força de injeção na microextrusora. TP1: Tempo de extrusão TP2: Tempo de extração. V: Velocidade de extrusão T2: Temperatura na microejetora P: Pressão de ar-comprimido na microejetora T3: Temperatura no molde.

Fonte: do autor, 2015.







Figura 32 - (a) 5 % abacá / 5 % MA / 90 % PELBD; (b) 10 % abacá / 5 % MA / 85 % PELBD; (c) 20 % abacá / 5 % MA / 75 % PELBD e (d) 30 % abacá / 5 % MA / 65 % PELBD.



Fonte: o próprio autor.

4.3.9 Ensaio de Tração

Os valores das propriedades mecânicas: resistência à tração, módulo de elasticidade, elongação, entre outros, puderam servir como base de comparação do desempenho mecânico entre as diferentes composições das amostras, bem como viabilizar a avaliação dos efeitos decorrentes da modificação do polímero-base PELBD por reforços de abacá e agente compatibilizante.

As condições dos ensaios dos ensaios a tração realizados foram as seguintes:

- Célula de carga: 5.000 N;
- Velocidade de deslocamento média aplicada: 50 mm/min;
- Temperatura: 25°C;
- Trabalho realizado: Tração;
- Umidade relativa: 50 %;
- Área média das secções transversais dos corpos de prova: 10 mm².
- Comprimento inicial (L₀) médio dos corpos de prova: 27 mm.
- Máquina de ensaio universal Tesimac, modelo AME-5KN;
- Microcomputador contendo o programa Dyna View Standard / Pro M e
- Ensaio destrutivo.

A figura 34 apresenta a Máquina Universal utilizada em nosso ensaio de tração.

Figura 33 - Máquina universal de testes mecânicos, modelo AME-5KN, fabricação TESIMAC.



Fonte: TESIMAC.

Este ensaio objetivou obter o coeficiente de expansão térmica (CET) nos compósitos analisados neste estudo, sendo que, para isto, foram utilizados três corpos de amostra para cada compósito, dispondo os mesmos das dimensões 4,5 x 5,0 x 17 mm ± 20%

Os ensaios foram realizados no dilatômetro NETZSCH DIL 402 C, com porta amostra de sílica fundida, na faixa de 30°C a 100°C, com taxa de aquecimento de 2°C/min ao ar.

Uma isoterma à 30°C por 25 min foi definida para viabilizar o início da medição sem quaisquer influencias externas e garantir a mesma temperatura para todas as análises.

Os resultados dos ensaios de dilatometria dos corpos de provas foram plotados nos gráficos da deformação térmica (ΔL/Lo) em relação à temperatura (°C) e os resultados ajustados com as equações de polinômio de 2º grau para determinação do coeficiente de dilatação térmica na faixa de temperaturas até 100°C para cada compósito.

4.3.11 Microscopia Eletrônica de Varredura

As micrografias foram obtidas através de um microscópio eletrônico de varredura HITACHI, modelo TM 3000, disponível no laboratório de caracterização de materiais do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA). As micrografias revelaram informações quanto à morfologia das fibras das amostras dos compósitos: PELBD 100 (%); PELBD 95/ MA 5 (%); PELBD 90/ MA 5/ ABAC 5 (%); PELBD 85/ MA 5/ ABAC 10 (%); PELBD 75/ MA 5/ ABAC 20 (%) e PELBD 65/ MA 5/ ABAC 30 (%). As amostras foram metalizadas à carbono e colocadas no suporte localizado no interior no equipamento e fixadas através de uma fita de carbono autocolante de dupla face.

A formação das imagens, se deu por utilização de elétrons secundários e retro espalhado por meio de uma tensão de aceleração de feixe primário de 5kV conforme o apresentado no item 2.17.

Figura 34 - (a) Microscópio eletrônico de varredura, fabricante HITACHI, modelo TM 3000; (b) Compartimento interno para deposição da amostra.



Fonte: do autor, 2017.

4.3.12 Resistência à Flexão

A realização dos ensaios de flexão em três pontos se deu no Laboratório de Ensaios Mecânicos do UniFOA, sobre uma Máquina Universal, modelo DL 10000, de fabricação EMIC, com capacidade máxima de 100 kN, em uma velocidade de deslocamento constante de 3 mm/min. Nesse ensaio foi também utilizado o programa de análise estatística Tesc, versão 3.04. As análises foram realizadas sobre seis corpos de prova, com dimensões seguindo a norma ASTM C 393 – 03, própria para fibras e compósitos, a qual especifica que os corpos de prova devem ser em forma de barra, tendo as faces superiores e inferiores paralelas entre si e de aproximadamente mesmo comprimento, largura, espessura e peso para questões de comparação; além da recomendação que o corpo de prova tenha relação comprimento / largura menor que 20, pois dessa maneira o deslocamento causado pelo cisalhamento pode ser considerado desprezível nos cálculos. No caso deste estudo foram utilizados corpos de prova com 14 mm de largura, 70 mm de comprimento e 4 mm de espessura. As propriedades mecânicas de resistência à flexão e Módulo de Young foram avaliadas a partir dessas condições e ferramentais.

O método de ensaio a flexão em três pontos, utilizado neste estudo, consistiu na aplicação de uma força crescente P em uma barra padronizada até a ruptura, conforme o apresentado na figura 36, ruptura esta que aconteceu por tração, se iniciando nas fibras inferiores.



Figura 35 - Esquema de realização do ensaio à flexão em três pontos.

Fonte: BAPTISTA, C., 2017.

O princípio de cálculo utilizado foi o da mecânica dos sólidos, a qual preconiza que a tensão normal a uma viga (σ) é obtida pela aplicação das equações (4) e (5), apresentadas abaixo (Baptista, C., 2017):

$\sigma = My/I_z$	equação (4)
$I_{z} = bh^{3}/12$	equação (5)

Onde:

M = momento fletor

y = distância até a linha neutra

 Iz = momento de inércia em relação à linha neutra (seção retangular de largura b e altura h)

b = largura do corpo de prova

h = altura do corpo de prova

Foi considerado no ensaio de flexão em três pontos, aqui desenvolvido, a combinação das equações (4) e (5) para M máximo e carga P no instante da ruptura, o que viabilizou o cálculo da tensão de ruptura (σ_R) pela equação (6):

$$\sigma_R = 3PL/2bh^2$$

equação (6)

Onde:

L = comprimento do corpo de prova

O Módulo de Young foi determinado a partir da medição da deflexão v do corpo de prova durante a aplicação da carga de carregamento transversal no regime elástico, pois o eixo longitudinal do corpo de prova assumiu a forma da curva de linha elástica, sobre a qual foi viável aplicar a equação diferencial da Elástica, apresentada na equação (7):

 $d^2v/dx^2 = -M/EI_z$ equação (7)

Ao resolver a equação (7) por dupla integração, efetuamos o cálculo de deflexão v(x), tendo como premissas: x igual a L/2 e ensaio em três pontos, o que nos viabilizou chegar a equação (8) (Baptista, C., 2017):

 $v(L/2) = PL^{3}/48EI_{z}$ equação (8)

Estas equações se encontram presentes no programa Tesc, versão 3.04, instalado no desktop do laboratório de ensaios de materiais da UniFOA, no qual inserimos os dados das dimensões L, b e h, de cada corpo de prova, dados esses que, combinados com a força aplicada obtida diretamente da célula de carga da máquina EMIC, viabilizou o tratamento estatístico das informações pelo método de Weibull no programa Tesc, tratamento que permitiu o cálculo da tensão de ruptura (σ_R) e do Módulo de Young (E). A figura 37, a seguir, mostra com detalhes a Máquina Universal de Ensaios EMIC.


Figura 36 - Detalhe do ensaio a flexão na máquina universal EMIC.

Fonte: do autor, 2017.

4.3.13 Dureza Shore

No ensaio de dureza Shore foi utilizado um durômetro portátil, modelo Shore D400.140, de fabricação DIGIMESS, o qual segue as normas ISO 7619 e ISO 868, com capacidade de trabalho na margem de 0,1 a 100 Shore D, tendo uma resolução de 0,1 Shore D, exatidão de \pm 1 Shore D e com penetrador de agulha de aço.

Os compósitos foram submetidos a uma pressão definida aplicada através de uma mola calibrada com precisão, a qual atua sobre o penetrador Shore endurecido, o que gerou uma penetração no corpo de prova, penetração esta que foi visualizada através de um indicador digital instalado no durômetro. Na base do durômetro existe um pé calcador onde o corpo de prova foi montado no centro do mesmo, situando-se este pé calcador à 2,5 milímetros do penetrador. Na posição totalmente estendida do penetrador, o indicador digital apresenta o valor de zero. Quando o penetrador é pressionado, apertando o corpo de prova contra o pé calcador, o display digital indica 100. O que significa dizer que cada ponto Shore é igual a 0,0025 milímetros de penetração (escala M é 0,00125 milímetro).

A Dureza Shore é, na realidade, a medida da profundidade de uma retração do material, produzida por uma determinada força sobre o pé calcador padronizado, o que dependerá de: dureza do material; propriedades visco elásticas do material; a forma do pé calcador e o tempo de duração do teste.

De acordo com a norma ASTM D2240, os durômetros permitem a medição da dureza de penetração após um determinado período de tempo. No nosso caso utilizamos o tempo médio de 180 segundos. A aplicação da força foi de forma regular e sem impacto sobre o corpo de prova.

No uso do equipamento, o penetrador foi colocado sobre a amostra de modo que o pé calcador foi mantido firmemente contra a superfície de ensaio. A mola empurrou o penetrador na amostra, enquanto o indicador digital apresentou a profundidade da penetração. Quanto mais profundo foi a penetração no corpo de prova, menor foi a leitura do indicador. O valor final da dureza foi diretamente proporcional a profundidade da penetração. Nas medições de Dureza Shore deste estudo foi considerado que, caso o tempo ultrapasse 15 segundos de penetração no material, e o indentador penetre 2,5 milímetros ou mais, a dureza será considerada zero para a escala em curso de utilização. Por outro lado, caso o penetrador não consiga penetrar no corpo de prova, a dureza será então considerada 100 para essa escala.

Considerando que existem doze diferentes escalas Shore, denominadas como: A, B, C, D, DO, E, M, O, OO, OOO, OOO-S e R, vale enfatizar que nas medições de dureza realizados neste estudo foi utilizado escala D, recomendada pela ASTM D2240 para plásticos rígidos. Na figura 38 é mostrado o durômetro Shore D400.140, utilizado nesse trabalho.



Figura 37 - Durômetro Shore D400.140, fabricação DIGIMESS.

Fonte: DIGIMESS, 2017.

4.3.14 Análise Térmica Simultânea (TGA, DTG e DSC)

O analisador térmico simultâneo utilizado em nossos ensaios de TGA e DSC foi o equipamento de fabricação PERKIM ELMER, modelo STA 6000. O equipamento em questão foi aplicado para encontrarmos os resultados de Termogavimetria (TGA) e da Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC).

A curva de TGA permitiu estimar a estabilidade térmica a partir do temop em que o corpo de prova não teve a sua massa mais reduzida, após uma sequência de reduções de sua massa inicial. Por outro lado, a curva de DTG permitiu identificar em quais momentos ocorreu uma variação de entalpia nos corpos de provas.

A curva DSC monitorou as variações de entalpia que ocorreram no corpo de prova em relação a um corpo inerte, usado como padrão, igualmente colocado na mesma atmosfera controlada e inerte.

Os corpos de provas foram depositados em um cadinho de alumina dentro da faixa de temperatura de 30 °C a 800 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C/min em atmosfera inerte de gás nitrogênio (N₂), com vazão de 50 ml/min e massa de amostra utilizada de aproximadamente 13 mg.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Ensaio de Tração

A análise dos resultados dos ensaios de tração foi realizada a partir do valor médio apresentado pelos diferentes corpos de provas utilizados nas avaliações dos comportamentos dos compósitos, conforme o apresentado na figura 39. Observa-se que a simples adição de MA em percentual mássico de 5% do compósito, já impacta em um aumento de 32% da resistência à tração, em uma diminuição da capacidade de elongação para patamares de 9% do compósito de PELBD puro e um aumento de 14 vezes do módulo de Young. Estes resultados caracterizam uma convergência direta para o aumento da rigidez do compósito e, consequentemente uma fortíssima redução de sua ductilidade.

Na medida em que a concentração de abacá nos compósitos vai aumentando em termos de percentuais mássicos, essa convergência para a rigidez e diminuição da propriedade dúctil do compósito vai se tornando mais acentuada, culminando no caso extremo da adição de abacá em percentuais mássicos da ordem de 30%, onde encontramos um aumento da resistência a tração da ordem de 296% e do módulo de Young de 34 vezes, ambos em relação ao compósito de PELB puro. Por sua vez, nesta condição (abacá 30% de percentual mássico) a capacidade de elongação do compósito diminui para patamares de 3% do compósito de PELBD puro.

Os resultados obtidos no ensaio à tração seguem apresentados nas tabelas abaixo, onde: a tabela 11 apresenta os valores médios dos ensaios à tração; a tabela 12 apresenta as tensões de escoamento para os seis corpos de provas, a tabela 13 apresenta as resistências à tração para os seis corpos de provas, a tabela 14 apresenta os módulos de Young para os seis corpos de prova e a tabela 15 apresenta os valores das elongações para as trações máximas para os seis corpos de provas.

Tabela 11 - Resultados médio dos ensaios à tração para os seis compósitos utilizados nos ensaios realizados nesse trabalho, a considerar seis corpos de provas para cada compósito.

(a) RESULTADOS DOS EN	a) RESULTADOS DOS ENSAIOS À TRAÇÃO (VALORES MÉDIOS)							
Compósito	Elongação na Tensão Máxima (Mpa)	Tensão de Escoamento (Mpa)						
PELBD 100 (%)	27,64 ± 1,03	7,01 ± 0,20						
PELBD 95 + MA 5 (%)	2,58 ± 0,06	9,21 ± 1,22						
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	2,55 ± 0,08	9,47 ± 0,33						
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	2,55 ± 0,07	9,86 ± 0,97						
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	1,28 ± 0,13	16,56 ± 0,57						
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	0,90 ± 0,07	16,58 ± 1,18						

⁽b)

RESULTADOS DOS ENSAIOS À TRAÇÃO (VALORES MÉDIOS)

Compósito	Resistência à Tração (MPa)	Módulo de Young (MPa)
PELBD 100 (%)	11,18 ± 0,07	40,50 ± 1,39
PELBD 95 + MA 5 (%)	14,77 ± 0,38	573,45 ± 3,90
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	16,09 ± 0,38	630,75 ± 22,61
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	17,52 ± 0,34	688,90 ± 9,00
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	31,50 ± 1,25	1.143,37 ± 76,45
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	33,07 ± 2,07	1.356,51 ± 36,44

Fonte: do autor, 2017.

A tabela 12 apresenta os resultados da tensão de escoamento para o seis compósito, a considerar os seis corpos de provas.

Tabela 12 - Valores da tensão de escoamento	para os seis compósitos utilizados nos ensaios
realizados nesse trabalho, a con	siderar os seis corpos de provas.

ENSAIOS DE TRAÇÃO COMPORTAMENTO DA TENSÃO DE ESCOAMENTO						
Compósito	CP1	CP2	СРЗ	CP4	CP5	CP6
PELBD 100 (%)	7,05	6,88	6,94	6,92	7,41	6,88
PELBD 95 + MA 5 (%)	10,93	8,78	10,28	9,34	8,05	7,88
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	9,6	9,42	9,07	9,45	10,03	9,25
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	8,26	9,36	11,04	10,04	10,57	9,88
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	16,16	16,43	15,85	16,51	17,47	16,92
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	18,75	16,18	15,34	16,59	15,85	16,79

Fonte: do autor, 2017.

A tabela 13 apresenta os resultados da Resistência à Tração para o seis compósito, a considerar os seis corpos de provas.

ENSAIOS DE TRAÇÃO COMPORTAMENTO DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO						
Compósito	CP1	CP2	СРЗ	CP4	CP5	CP6
PELBD 100 (%)	11,16	11,11	11,25	11,26	11,10	11,20
PELBD 95 + MA 5 (%)	15,47	14,78	14,29	14,66	14,69	14,74
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	15,93	15,94	15,79	16,10	16,84	15,93
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	17,91	17,59	17,08	17,16	17,57	17,82
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	30,68	32,58	29,62	33,05	31,51	31,54
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	35,51	34,72	33,58	29,95	33,20	31,46

Tabela 13 - Valores da resistência à tração para os seis compósitos utilizados nos ensaios realizados nesse trabalho, a considerar os seis corpos de provas.

Fonte: do autor, 2017.

A tabela 14 apresenta os resultados do Módulo de Young para o seis compósito, a considerar os seis corpos de provas.

Tabela 14 - Valores do Módulo de Young para os seis compósitos utilizados nos ensaios realizados nesse trabalho, a considerar os seis corpos de provas.

ENSAIOS DE TRAÇÃO COMPORTAMENTO DO MÓDULO DE YOUNG						
Compósito	CP1	CP2	СРЗ	CP4	CP5	CP6
PELBD 100 (%)	42,10	39,35	40,72	38,50	41,80	40,50
PELBD 95 + MA 5 (%)	575,53	572,83	568,22	578,21	576,18	569,74
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	600,28	621,45	654,18	635,27	657,89	615,44
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	674,22	691,22	687,23	700,15	685,23	695,33
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	1.150,76	1.000,10	1.220,33	1.138,14	1.157,66	1.193,25
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	1.302,70	1.352,89	1.401,14	1.387,29	1.329,77	1.365,28

Fonte: do autor, 2017.

A tabela 15 apresenta os resultados da elongação (%) para o seis compósito, a considerar os seis corpos de provas no momento da tensão máxima.

ENSAIOS DE TRAÇÃO COMPORTAMENTO DA ELONGAÇÃO NA TENSÃO MÁXIMA						
Compósito	CP1	CP2	СРЗ	CP4	CP5	CP6
PELBD 100 (%)	26,52	28,24	27,62	29,25	26,57	27,64
PELBD 95 + MA 5 (%)	2,69	2,58	2,51	2,53	2,55	2,59
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	2,65	2,57	2,41	2,53	2,56	2,59
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	2,66	2,55	2,49	2,45	2,56	2,56
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	1,23	1,50	1,12	1,34	1,25	1,22
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	1,01	0,95	0,89	0,80	0,92	0,85

Tabela 15 - Valores da elongação (%) no momento da tensão máxima para os seis compósitos utilizados nos ensaios realizados nesse trabalho, a considerar os seis corpos de provas.

Fonte: do autor, 2017

A figura 38 abaixo apresenta a comparação entre os perfis das curvas de tensão (MPa) obtidos nos ensaios de tração aplicados nos compósitos deste estudo.



Figura 38 - Comparação entre os perfis das curvas de tensão (MPa) obtidos nos ensaios de tração.

A figura 40 abaixo apresenta os resultados da variação percentual de massa de abacá em relação à resistência de tração dos compósitos.

Fonte: do autor, 2017.



Figura 39 - Variação percentual de massa de abacá e MA em relação à resistência de tração dos compósitos.

Fonte: do autor, 2017.

Os dados contidos nas tabelas nas tabelas 11, 12, 13, 14, 15 anteriores, bem como nas figuras 39 e 40, revelam que o teor das fibras inseridas na matriz de PELBD, com reação catalisada por MA influenciaram diretamente a resistência à tração dos compósitos, promovendo uma elevação importante na mesma quando tem os seus resultados comparados com o PELBD puro. Essa diferença de rigidez pode também ser explicada pelas características de ocupação da interface da matriz nas dosagens percentuais mássicas mais elevadas, como o apresentado em nosso tópico de MEV, no item 5.5.

5.2 Ensaio de Flexão

Os ensaios de flexão permitiram avaliar os comportamentos dos compósitos quando existe exposição dos mesmos a uma força perpendicular ao seu eixo longitudinal e a capacidade do compósito de resistir a mesma. No caso de nossos estudos, verificou-se um significativo aumento da resistência de flexão dos compósitos na adição do percentual mássico de 5% de MA a matriz de PELBD, atingindo a resistência à flexão valores 2,3 vezes maiores do que no caso do compósito puro de

PELBD. Na medida gradativa em que foi aumentando a participação do percentual mássico de fibras de abacá na massa total do compósito, observou-se uma lenta diminuição da resistência de flexão do material em relação ao compósito PELBD catalisado em 5% com MA, atingindo a resistência à flexão, em relação ao PELBD puro, valores de: 1,6 vezes maior, no caso de abacá à 5%; 1,9 vezes maior, no caso de abacá à 10 e 20% e 1,5 vezes maior, no caso de abacá a 30%. No caso em questão, quando é analisado comparativamente a resistência à flexão, em relação ao PELBD puro, observa-se uma acentuada redução da flexibilidade; no entanto quando realizamos essa análise focada no PELBD somente maleitizado à 5%, observa-se um leve aumento de flexibilidade dos compósitos, na medida em que adicionamos percentuais mássicos de fibras de abacá a massa total do material. Essa condição torna-se evidente ao analisarmos as tabelas 16, 17, 18 e figura 41, abaixo apresentadas. O módulo de Young dos compósitos também sofre um expressivo aumento na medida em que acontece a elevação de percentual mássico, conforme o também indicado nas tabelas 16, 17, 18.

Tabela 16 -	Valores	da Tensão	Máxima de	Flexão e Mo	ódulo de	Young para	a os seis cor	npósitos
utilizados nos	ensaios	de flexão, a	a considerar	a utilização	de seis	corpos de p	provas para	cada caso.

AMOSTRAS	Resistência à flexão (MPa)	Módulo de Young (MPa)
PELBD 100 (%)	8,4 ± 0,7	38,50 ± 2,23
PELBD 95 + MA 5 (%)	19,75 ± 1,06	575,73 ± 132,87
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	13,52 ± 1,08	600,28 ± 185,20
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	16,50 ± 2,39	674,22 ± 132,75
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	16,10 ± 2,61	1150,76 ± 282,44
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	12,36 ± 2,03	1302,70 ± 154,89

Fonte: do autor, 2017.

Tabela 17 - Comportamento da resistência de flexão a considerar os seis compósitos e seis corpos de prova por compósito analisado.

ENSAIO DE FLEXÃO - COMPORTAMENTO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO						
Resistência à Flexão (MPa)	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6
PELBD 100 (%)	8,89	7,75	8,75	8,70	8,92	7,42
PELBD 95 + MA 5 (%)	19,56	20,78	18,87	18,19	20,78	20,41
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	13,51	13,86	15,28	12,97	13,51	12,01
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	18,98	16,51	12,41	17,12	15,45	18,54
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	13,51	18,01	15,01	13,02	17,70	19,34
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	19,84	15,01	14,72	13,05	15,62	16,22

ENSAIO DE FLEXÃO - COMPORTAMENTO DO MÓDULO DE YOUNG						
Módulo de Young (MPa)	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6
PELBD 100 (%)	38,50	41,62	42,14	39,23	44,15	38,95
PELBD 95 + MA 5 (%)	339,29	621,65	542,25	656,87	568,60	725,73
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	649,89	889,00	714,87	425,58	503,39	419,37
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	618,52	770,35	593,19	841,31	739,98	481,96
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	1120,04	1188,55	882,19	799,14	1537,24	1377,41
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	930,89	890,14	1157,75	1029,52	1032,93	1035,14

Tabela 18 - Comportamento do módulo de Young a considerar os seis compósitos e seis corpos de prova por compósito analisado.

Fonte: do autor, 2017.

Figura 40 - Variação percentual de massa de abacá e MA em relação à resistência de flexão dos compósitos.



Fonte: do autor, 2017.

5.3 Ensaio de Dilatometria

A dilatometria foi utilizada para determinar os coeficientes de expansão térmica dos compósitos e os resultados obtidos estão relacionados na tabela 19 e apresentados na figura 42.

A expansão térmica do polietileno semi-cristalino é diretamente dependente da orientação das cadeias de polímeros e do grau de cristalinidade. Regiões amorfas apresentam uma expansão térmica mais elevada do que as regiões cristalinas, onde os movimentos das cadeias poliméricas são mais restritos (THOMAS et al., 2013).

Nesse estudo, um aumento de 43% do CET ao maleitizarmos o compósito em 5% de percentual mássico foi observado. Daí para frente, a considerar os compósitos com incremento percentual mássico de abacá à 5 e 10%, o CET mostrou uma queda significativa em relação ao PELBD maleitizado. Quando o incremento percentual mássico de fibra de abacá atinge 20%, o CET do compósito é reduzido mais ainda atingindo assim o mesmo patamar do compósito PELBD puro. Finalmente ao realizarmos um incremento de percentual mássico de fibras de abacá de 30% do compósito, o CET atinge um patamar 4% menor do que o compósito de PELBD puro, o que nos faz concluir que, a partir de 30%, o incremento mássico de fibras de abacá apresentará uma tendência de diminuição no coeficiente de expansão térmica do compósito, conforme o indicado na tabela 19 e na figura 42.

COEFICIENTES DE EXPANSÃO TÉRMICA (CET)							
Corpos de Prova	Média (x 10 ⁻⁴ °C ⁻¹)	Desvio Padrão	Variação em Relação ao PELBD Puro (%)				
PELBD 100 (%)	1,82378	9,07E-02	0,00	-			
PELBD 95 + MA 5 (%)	2,26226	4,46E-02	43,85	1			
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	2,23623	3,46E-01	41,25	1			
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	2,06516	5,92E-02	24,14	1			
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	1,82220	1,41E-03	-0,16	- ↓			
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	1,74371	2,12E-03	-8,01	↓			

Tabela 19 - Coeficientes de Expansão Térmica dos Compósitos Analisados.

Fonte: do autor, 2017.



Figura 41 - Evolução do Coeficiente de Expansão Térmica em Relação aos Compósitos Analisados.

Fonte: do autor, 2017.

5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A técnica de microscopia eletrônica de varredura, aqui utilizada, teve por objetivo determinar o comportamento do compósito "PELBD + MA + abacá", quanto à morfologia, quando da utilização de: PELBD puro 100% (a); quando da adição de MA (b) e mediante ao acréscimo em doses parceladas no compósito de fibras de abacá nos percentuais de 5% (c), 10% (d), 20% (e) e 30% (f), apresentados na figura 43.

Comparando-se as microscopias para os corpos de prova: PELBD 100 (%) e PELBD 95 + MA 5 (%), observamos uma homogeneidade na matriz, conforme o apresentado na figura 43 (a) e (b). Na medida gradativa que aumentamos o incremento mássico de fibras de abacá nos compósitos, observamos que a homogeneidade da interface da matriz começa a ficar comprometida (observar por exemplo a PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)), constata-se uma aglomeração das fibras na matriz coexistindo com espaços sem fibras, formando com isso, cavidades, que comprometem rigidez e resistência do material. No entanto, na medida que aumentamos o incremento percentual mássico no compósito, essas lacunas começam a ser preenchidas e uma melhora parcial do ancoramento das fibras de abacá pode ser percebida. Nos corpos de prova PELB 85 + MA 5 + ABAC 10 (%) e PELB 75 + MA 5 + ABAC 20 (%), nota-se presente esta situação, observando-se a coexistência de parte das fibras de abacá bem ancoradas com outras fibras ainda com uma adesão interfacial não eficiente com a matriz polimérica. Isto explica, inclusive, o comportamento observado nos ensaios de caracterização mecânicos, onde embora observássemos um importante aumento no módulo de Young, este não se traduziu de forma imediata, em termos de resistência, nos compósitos que apresentavam percentuais mássicos de fibra de abacá mais baixos.

Por fim, no corpo de prova PELB 65 + MA 5 + ABAC 30 (%), observa-se uma adesão melhorada das fibras à matriz como consequência das interações efetivas na interface, o que aumentou significativamente a rigidez do material.

Figura 42 - Microscopia eletrônica de varredura: (a) PELBD 100 (%) (x 100 e 2000); (b) PELBD 95 + MA 5 (%) (x 100 e 2000); (c) PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%) (x 100 e 2000); (d) PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%) (x 100 e 2000); (e) PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%) (x 100 e 2000); (f) PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%) (x 100 e 2000);









90.5.5

x100 D7.1

90.5.5

D7.2 x500 200 um





2017/11/01 D6.6 x500 200 um F



75.5.20

2017/11/01

D6.8 x500 200 um F

f f

Fonte: do autor, 2017.

5.5 Ensaio de Dureza Shore

As medidas de Dureza Shore obtidas pelas medições das profundidades dos corpos de provas quando foram expostos a ação do penetrador sobre o pé calcador, considerando seis pontos para cada corpo, estão apresentadas na tabela 20 abaixo. Nota-se que a dureza varia devido a morfologia irregular da amostra, pois ora medimos em pontos com mais fibras, ora medimos em pontos com presença mais marcante do polietileno linear de baixa densidade.

DUREZA SHORE - GRANDEZA SHORE D							
Commé aite a	Medições						
Compositos	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	Média
PELBD 100 (%)	13,4	13,8	12,7	12,1	13,6	13,8	13,2±0,69
PELBD 95 + MA 5 (%)	36,1	35,9	35,7	36,3	36,1	35,9	36,0 ± 0,21
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	16,0	16,4	16,9	16,5	16,3	15,8	16,3 ± 0,39
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	22,1	22,3	21,3	22,6	21,8	22,1	22,0 ± 0,45
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	22,8	22,8	22,3	23,1	22,7	23,1	22,8 ± 0,30
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	36,7	36,2	36,9	38,3	37,2	36,5	37,0 ± 0,74

Tabela 20 - Dureza Shore dos Compósitos Analisados.

Fonte: do autor, 2017.

O comportamento da dureza Shore em termos de variação de percentual mássico maleitizado de fibras de abacá é apresentado na figura 44, onde a dureza do compósito PELBD maleitizado à 5%, apresenta uma dureza superior aos compósitos com percentuais mássicos de fibras de abacá de 5%, 10% e 20%. Só retornando ao

patamar apresentado no PELBD maleitizado à 5%, quando adicionamos ao compósito um incremento de percentual mássico de abacá da ordem de 30%. Tal fato já foi explicado na análise de MEV realizada no tópico 5.5 e se deve a melhoria do ancoramento das fibras de abacá na interface da matriz do polímero.



Figura 43 - Variação percentual de massa de abacá e MA em relação à dureza Shore dos compósitos.

Fonte: do autor, 2017.

5.6 Ensaio Térmico Simultâneo (STA)

Os ensaios de TGA e DSC apresentaram os resultados abaixo, dispostos na tabela 21. Podemos concluir que as temperaturas de fusão e de evaporação ficaram praticamente inalteradas com a adição de fibras. A incrementação do abacá ao compósito original de polietileno linear de baixa densidade, catalisado com anidrido maleico, pouco acrescentou às propriedades térmicas dos materiais avaliados.

A tabela 21 mostra que a redução mássica dos compósitos foi mais de 99% para os compósitos de: PELBD maleitizados à 5%; PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%) e PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%). Nos compósitos PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%) e PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%) a redução mássica dos compósitos foi de 95% e 96% respectivamente nos intervalos aproximados entre 400°C (T.Onset) e 520°C (T.Endset).

RESULTADOS DAS CURVAS TGA				
Compósito	Peso inicial (mg)	Redução total da massa (%)	Intervalo de redução da massa (°C)	
PELBD 95 + MA 5 (%)	12,09	99,0	450 - 500	
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	11,77	99,5	440 - 500	
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	11,79	99,0	480 - 500	
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	15,31	95,0	460 - 500	
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	13,83	96,0	420 - 500	

Tabela 21 - Avaliação das Curvas TGA dos Compósitos.

Fonte: do autor, 2017.

Tabela 22 - Avaliação das Curvas DSC dos Compósitos.

RESULTADOS DAS CURVAS DSC					
Compósito	Número de Picos Exotérmicos	Número de Picos Endotérmicos	T.Onset (°C)	T.Pico (°C)	T.Endset (°C)
PELBD 95 + MA 5 (%)	0	2	116,13 462,93	134,45 492,19	148,05 520,17
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	0	2	113,50 394,82	131,70 484,09	144,42 516,10
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	0	2	113,61 425,14	132,79 487,24	146,30 518,73
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	0	2	113,16 443,58	131,61 490,63	151,38 518,73
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	0	2	113,15 447,24	131,66 488,57	151,60 517,95

Fonte: do autor, 2017.

As figuras 44, 45, 46, 47 e 48 abaixo, mostram as curvas de DSC para os diferentes compósitos.



Figura 44 - Curva DSC para o PELBD 95 + MA 5 (%).

Fonte: do autor, 2017.



Figura 45 - Curva DSC para o PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%).

Fonte: do autor, 2017.



Figura 46 - Curva DSC para o PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%).

Fonte: do autor, 2017.



Figura 47 - Curva DSC para o PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%).

Fonte: do autor, 2017.



Figura 48 - Curva DSC para o PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%).

Fonte: do autor, 2017.

5.7 Análise Comparativa

Abaixo, na tabela 23, realizamos uma análise comparativa entre os resultados dos estudos de NIRUPAMA et al e DWIVEDI et al e nossa pesquisa. A comparação tem como principal foco as propriedades mecânicas de resistência à tração e módulo de Young, diretamente ligadas a adesão superficial e rigidez. O objetivo é identificar como as matrizes de polietileno linear de baixa densidade, quando da utilização de fibras de abacá, catalisadas por anidrido maleico, se comportam a nível de rigidez e adesão superficial quando comparadas a outros compósitos com matrizes de polietileno existentes no mercado e produzidos a partir de fibras de sisal pré-impregnadas ou fibras de bananeira.

ANÁLISE COMPARATIVA - PROPRIEDADE DE TRAÇÃO E MÓDULO DE YOUNG				
Compósito	Resistência à tração	Módulo de Young		
PEBD 54 + SISAL 46 (%)	10,7	152		
PEBD 51 + SISAL 49 (%)	11,4	172		
PEBD 45 + SISAL 55 (%)	14	253		
PEBD 43 + SISAL 57 (%)	17,4	265		
PEBD 90 + BANAN. 10 (%)	8,8 ± 0,8	591 ± 77		
PEBD 85 + BANAN. 15 (%)	10,3 ± 0,7	642 ± 79		
PEBD 80 + BANAN. 20 (%)	9,7 ± 1,4	933±72		
PEBD 75 + BANAN. 25 (%)	9,8 ± 2,5	1050 ± 68		
PEBD 70 + BANAN. 30 (%)	9,5 ± 1,6	1160 ± 82		
PELBD 100 (%)	11,18 ± 0,07	40,5 ± 1,3		
PELBD 95 + MA 5 (%)	14,77 ± 0,38	573,4 ± 3,9		
PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)	16,09 ± 0,38	630,7 ± 22,6		
PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)	17,52 ± 0,34	688,9 ± 9,0		
PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)	31,50 ± 1,25	1143,3 ± 76,4		
PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)	33,07 ± 2,07	1356,5 ± 36,4		

Tabela 223 - Análise comparativa com os ensaios de NIRUPAMA et al e DWIVEDI et al.

Fonte: do autor, 2017.

6 CONCLUSÕES

No presente estudo foram caracterizados compósitos de: PELBD puro; PELBD maleitizado à 5% do percentual mássico total e PELBD maleitizado com adições percentuais mássicas de fibras de abacá nos teores 5%, 10%, 20% e 30%; onde foram verificadas as suas propriedades mecânicas, térmicas e microestruturais. Os resultados dos ensaios foram analisados e comparados, objetivando entender a mudanças físicas e químicas de suas composições de forma a viabilizar sua utilização se comparadas a outras fibras presentes no mercado, tais como fibras de sisal e bananeira.

Os ensaios de microdureza Shore realizados para comparação, apresentam resultados bem coerentes quando levamos em consideração os detalhes microestruturais verificados na microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Os resultados dos ensaios de dilatometria dos corpos de prova mostraram uma variação expressiva em um primeiro momento com redução gradativa no CET na medida que aumentávamos a participação do abacá na composição de percentual mássico dos materiais. Tal constatação nos levou a concluir que, ao realizarmos no compósito um incremento de percentual mássico de fibras de abacá da ordem de 30%, ou mais, o CET apresentará valores menores do que o encontrado no compósito de PELBD puro, pois ficou claro uma tendência de diminuição no coeficiente de expansão térmica do compósito com o aumento percentual mássico do abacá.

As imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV), mostraram a dificuldade de ancoramento das fibras de abacá na matriz do polímero nos casos em que o percentual mássico de abacá foi inferior a 30%. Isto devido ao compartilhamento na interface da matriz de espaços preenchidos com fibras de abacá com espaços vazios. Tal fato teve um reflexo direto nos ensaios de caracterização mecânica de tração e flexão.

Os resultados dos ensaios de tração mostraram que a simples adição de MA em percentual mássico de 5% do compósito impactou em um aumento de 32% da resistência à tração, a qual teve uma relação direta com a expressiva diminuição da capacidade de elongação do compósito patamares de 9% do compósito de PELBD puro, além apresentar um aumento de 14 vezes para o módulo de Young. Estes resultados caracterizam uma convergência direta para o aumento da rigidez do compósito e, consequentemente uma fortíssima redução de sua ductilidade.

A incrementação do abacá ao compósito original de polietileno linear de baixa densidade, catalisado com anidrido maleico, pouco acrescentou às propriedades térmicas dos materiais avaliados.

Realizando uma avaliação comparativa com os estudos de NIRUPAMA et al e DWIVEDI et al., utilizados nesse estudo como referências técnicas e apresentados na tabela 23 abaixo, concluímos que a adesão superficial a matrizes de polietileno, quando da utilização de fibras de abacá, catalisadas por anidrido maleico, produzem compósitos mais rígidos e resistentes, do que os compósitos gerados a partir de fibras de sisal pré-impregnadas ou fibras de bananeira. Sendo, portanto melhor indicadas em aplicações onde a rigidez é um pré-requisito determinante, caso que pode acontecer, por exemplo, na indústria de construção civil.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM INTERNATIONAL. ASTM C393. Standard Test Method for Core Shear Properties of Sandwich Constructions by Beam Flexure, 2016.

ASTM INTERNATIONAL ASTM D638. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, 2017.

ASTM INTERNATIONAL. ASTM D2240. Standard Test Method for Rubber Property— Durometer Hardness, 2015.

BAPTISTA, C. Ensaios mecânicos. Universidade Federal do Estado de São Paulo (USP), 2017.

BLEDZKI, A.K. et al. Composites reinforced with cellulose based fibres. Progress in Polymer Science, 1999.

CALLISTER, W. D. et al. Materials science and engineering - an introduction. John Wiley & Sons Inc., 2016.

CANEVALORO, S. Técnicas de caracterização de polímeros. Artliber Editora, 2004.

DE PAULA GOMES, P. Formulação e caracterização de compósitos de fibras vegetais e matriz termoplástica. Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF), 2011.

DENARI, G.B. et al. Princípios e aplicações de análises térmicas. Instituto de Química de São Carlos (IQSC), 2012.

DWIVEDI, U.K. et al. Development and physico-mechanical behavior of LDPE-sisal prepreg-based composites. Advanced Materials and Processes Research Institute (CSIR), 2013.

FARUKA, O. et al. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010. Progress in Polymer Science, 2012.

FREDEL, M.C. et al. Propriedades mecânicas - ensaios fundamentais (volume 1). CERMAT - Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), 2007.

HULL, D. et al. An introduction to composite materials - Cambridge Solid State Science Series, 1996.

INSTITUTO PEDRA NUNES. LED e MAT Meios e Serviços. Disponível em: http://www.ipn.pt/laboratorio/LEDMAT>. Acesso em: 12 nov. 2017.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 527-4. Plastics — Determination of tensile properties — Part 4: Test conditions for isotropic and orthotropic fibre-reinforced plastic composites, 1997.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 7619. Rubber, vulcanized or thermoplastic -- Determination of indentation hardness -- Part 1: Durometer method (Shore hardness), 2010.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 868. Plastics and ebonite -- Determination of indentation hardness by means of a durometer (Shore hardness), 2003.

KURUVILLA J. et al. Influence of interfacial adhesion on the mechanical properties and fracture behavior of short sisal fibre reinforced polymer composites. School of Chemical Sciences, Mahatma Gandhi University, 1995.

MARINUCCI, G. Materiais compósitos poliméricos - fundamentos e tecnologia. Artliber Editora, 2011.

MISHRA, S. et al. The compatibilising effect of maleic anhydride on swelling and mechanical properties of plantfiber- reinforced novolac composites. Composites Science and Technology, 2000.

MOHANTY, S. et al. Effect of MAPP as a coupling agent on the performance of jute-PP composites. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 2004.

NIRUPAMA P. et al. Banana fiber reinforced low-density polyethylene composites: effect of chemical treatment and compatibilizer addition. Iran Polymer and Petrochemical Institute, 2006.

RODA, D.T. Tudo sobre plásticos, 2013. Disponível em: http://www.tudosobreplasticos.com/compostos/compostos.asp. Acesso em: 15 mai. 2017.

SAAD, N. A. et al. The effect of several service and weathering parameters on tensile properties of PVC pipe materials. Materials Sciences and Applications, 2012.

SANCHES, B. YouTube. Videoaula de Mecânica (Diagrama de Tensão - Deformação). Disponível em: ">https://www.youtube.com/watch?v=Hh4Dee98X2g>. Acesso em: 13 set. 2017.

SANCHEZ, C. Boletim Tecno 12-18, 2017. Disponível em: http://agrega.juntadeandalucia.es/repositorio/05102010/5a/es-an_2010100513_9094736/ODE-6269c2e0-1063-35c6-8343-a7e7cb14a430/1_polmeros.html. Acesso em: 13 set. 2017.

SHEN, L. et al. Product overview and market projection of emerging bio-based plastics. PRO-BIP; Final Report, Report No: NWS-E-2009-32. Utrecht, The Netherlands: Utrecht University; 2009.

SOUZA, A. et al. Estrutura e propriedades da fibra de coco e do compósito fibra de coco/poliuretano, 2003. Artigo em impressão,

SPEIGHT, J.G. et al. Lange's handbook of chemistry. McGRAW-HILL, 2005.

SUMMERSCALES, J. et al. A review of bast fibres and their composites. Part 1 - Fibres as reinforcements composites. Applied Science and Manufacturing, 2010.

THOMAS, S. et al. Polymer composites, nanocomposites. Wheinheim. Wiley-VCH, 2013.

8 APÊNDICE

8.1 Cálculo do Módulo de Young

 $E = F. (A.\xi)^{-1}$

Onde:

- ξ = elongação do material (adimensional).
- A = é a área da seção através da qual é exercida a tensão, mede-se em metros quadrados.
- F = é a força, medida em newton.
- E = é o módulo de elasticidade ou módulo de young, medido em unidades de pressão pascal (Pa) ou Nm⁻²

8.1.1 PELBD 100 (%)

A = 93 mm²; F = 1.038,22 N; ξ = 0,2652; E = 42,10 N/mm²

A = 93 mm²; F = 1.438,29 N; ξ = 0,0269; E = 575,53 N/mm²

8.1.3 PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)

A = 93 mm²; F = 1.481,77 N; ξ = 0,0265; E = 600,28 N/mm²

8.1.4 PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)

A = 93 mm²; F = 1.665,97 N; ξ = 0,0266; E = 674,22 N/mm²

8.1.5 PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)

A = 93 mm²; F = 2.853,54 N; ξ = 0,0123; E = 1.150,76 N/mm²

8.1.6 PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)

A = 93 mm²; F = 3.304,26 N; ξ = 0,0101; E = 1.302,70 N/mm²

8.2 Curvas de Identificação da Tensão de Escoamento

Figura 49 – Curva de tensão PELBD 100 (%)

Fonte: do autor, 2017.

Figura 50 - Curva de tensão PELBD 95 + MA 5 (%)

Fonte: do autor, 2017.

Figura 51 - Curva de tensão PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)

Figura 52 - Curva de tensão PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)

Fonte: do autor, 2017.

Figura 53 - Curva de tensão PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)

Figura 54 – Curva de tensão PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)

Fonte: do autor, 2017

 $\alpha = \Delta L / L_0 \Delta T$

Onde:

- $\Delta L = L_F L_0$, é a dilatação linear.
- L₀ = é o comprimento inicial do corpo de prova.
- $L_F = \acute{e}$ o comprimento final do corpo de prova.
- α = coeficiente de dilatação linear médio, característica do material que constitui o corpo de prova.
- ΔT = intervalo de temperatura avaliado.
- T_I = Temperatura inicial.
- T_F = Temperatura final.
- Unidade do coeficiente de dilatação linear médio, é expressa em: 1/K ou 1/°C.

8.3.1 PELBD 100 (%)

 $L_0 = 17,00 \text{ mm}; L_F = 17,22 \text{ mm}; T_1 = 30^{\circ}\text{C}; T_F = 100^{\circ}\text{C}; \alpha = 1,82378 \times 10^{-4} \text{°C}^{-1}$

8.3.2 PELBD 95 + MA 5 (%)

$$L_0 = 17,00 \text{ mm}; L_F = 17,27 \text{ mm}; T_1 = 30^{\circ}\text{C}; T_F = 100^{\circ}\text{C}; \alpha = 2,26226 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$$

8.3.3 PELBD 90 + MA 5 + ABAC 5 (%)

 $L_0 = 17,00 \text{ mm}; L_F = 17,26 \text{ mm}; T_1 = 30^{\circ}C; T_F = 100^{\circ}C; \alpha = 2,23623 \times 10^{-4} \circ C^{-1}$

8.3.4 PELBD 85 + MA 5 + ABAC 10 (%)

 $L_0 = 17,00 \text{ mm}; L_F = 17,24 \text{ mm}; T_1 = 30^{\circ}C; T_F = 100^{\circ}C; \alpha = 2,06516 \times 10^{-4} \circ C^{-1}$

8.3.5 PELBD 75 + MA 5 + ABAC 20 (%)

 $L_0 = 17,00 \text{ mm}; L_F = 17,21 \text{ mm}; T_1 = 30^{\circ}C; T_F = 100^{\circ}C; \alpha = 1,82220 \text{ x } 10^{-4} \circ C^{-1}$

8.3.6 PELBD 65 + MA 5 + ABAC 30 (%)

 $L_0 = 17,00 \text{ mm}; L_F = 17,20 \text{ mm}; T_1 = 30^{\circ}C; T_F = 100^{\circ}C; \alpha = 1,74371 \text{ x } 10^{-4} \text{ c}^{-1}$